Viskoelastische Phänomene beim Tablettieren auf Rundläufertablettenpressen

Inaugural-Dissertation
zur
Erlangung der Doktorwürde
der
Hohen Mathematisch-Naturwissenschaftlichen Fakultät
der
Rheinischen Friedrich-Wilhelms-Universität
zu
Bonn

Vorgelegt von
Jörg Neuhaus
aus Aachen

Bonn 1985

Digitized by the Internet Archive
in 2026

https://archive.org/details/IA41546512_0126

Viskoelastische Phänomene beim Tablettieren auf Rundläufertablettenpressen

Inaugural-Dissertation
zur
Erlangung der Doktorwürde
der
Hohen Mathematisch-Naturwissenschaftlichen Fakultät
der
Rheinischen Friedrich-Wilhelms-Universität
zu
Bonn

Vorgelegt von
Jörg Neuhaus
aus Aachen

Bonn 1985

Angefertigt mit Genehmigung der
Mathematisch-Naturwissenschaftlichen Fakultät der
Rheinischen Friedrich-Wilhelms-Universität Bonn

1. Gutachter: Professor Dr. F. Müller

2. Gutachter: Professor Dr. H.-P. Merkle

Tag der mündlichen Prüfung: 26. Juni 1985

Pharmazeutisches Institut der Universität Bonn
Pharmazeutische Technologie
Direktor: Prof. Dr. F. Müller

Inhaltsverzeichnis

	Seite
1 Einführung	9
2 Frühere Arbeiten	11
2.1 Kompressibilität	11
2.1.1 Walker-Bal'shin-Beziehung	11
2.1.2 Heckel-Beziehung	11
2.1.3 Kawakita-Gleichung	12
2.2 Komprimabilität	13
2.2.1 Arbeiten von Shotton und Ganderton	13
2.2.2 Leuenberger	14
2.3 Energetische Betrachtungen	14
2.4 Mohr-Coulomb'sches Fließkriterium	16
2.5 Rückdehnung	18
2.6 Arbeiten über Viskoelastizität von Tabletten	20
3 Theorie der Viskoelastizität	22
3.1 Grundkörper	23
3.1.1 Feder	23
3.1.2 Stoßdämpfer	23
3.2 Einfache viskoelastische Modelle	24
3.2.1 Maxwell-Körper	24
3.2.2 Kelvin-Modell (Voigt-Modell)	26
3.3 Kompliziertere Modelle	27
4 Problemstellung	31

Inhaltsverzeichnis

5 Meßanordnung 32

5.1 Übersicht 32

5.2 Tablettenmaschine 32

5.3 Druckmessung 32

5.3.1 Dehnungsmeßstreifen 34

5.3.2 Brückenverstärker 36

5.3.3 Kalibrierung der Druckmessung 36

5.4 Wegmessung 38

5.4.1 Wegaufnehmer 38

5.4.2 Anbringung des Wegaufnehmers 38

5.4.3 Meßverstärker 40

5.4.4 Zusatzeinrichtungen zum Wegaufnehmer 40

5.4.5 Kalibrierung des Wegtasters 43

5.5 Schleifringübertrager 43

5.6 Analog-Digital-Wandler 45

5.7 Datenerfassung 45

6 Materialien und Methoden 47

6.1 Preßmaterialien 47

6.2 Schmier- und Formentrennmittel 47

6.3 Versuchsplan 48

7 Methoden der Auswertung 49

7.1 Allgemeines 49

7.2 Polynomregression 50

7.3 Modellanpassung 51

8 Ergebnisse und Diskussion 53

8.1 Zur Auswertung gelangte Messungen 53

8.2 Anpassung des gesamten Kurvenverlaufs 59

8.3 Anpassung von Kurventeilstücken 63

8.4 Anpassung mehrerer Kurven in einer gemeinsamen Regression 66

8.5 Diskussion der Ergebnisse 71

Inhaltsverzeichnis

9 Zusammenfassung 83

Anhang 85

A.1 Meßprogramme 85

A.2 Beispielprogramm zur Modellanpassung 90

A.3 Bezugsnachweise 101

A.4 Literaturverzeichnis 102

Alle Namen, Materialbezeichnungen und Verfahren wurden in dieser Arbeit ohne Rücksicht auf einen eventuellen patentrechtlichen oder markenrechtlichen Schutz und unter Verzicht auf entsprechende Kennzeichnung verwendet. Das Fehlen eines derartigen Hinweises berechtigt nicht zu deren freier Verwendung unter Verletzung bestehender Schutzrechte.

1 Einführung

Tabletten oder auf Tabletten basierende Arzneiformen stellen heute die am meisten verwendeten Arzneimittel dar. Grund hierfür mögen die gute Handhabbarkeit durch den Patienten sowie die kostengünstige Herstellung bei gleichzeitig guter Dosiereinheitlichkeit sein.

Dennoch stellen Tabletten keine unproblematische Arzneiform dar. So sollen sie einerseits eine möglichst hohe mechanische Stabilität aufweisen, andererseits aber zum geeigneten Zeitpunkt diese Festigkeit wieder verlieren und in ihre Primärpartikel zerfallen.

Deshalb versucht die Tablettenforschung, möglichst detaillierte Kenntnisse über die physikalischen Vorgänge bei der Kompression und ihre Auswirkung auf die Tablette zu erhalten.

Grundvoraussetzung für derartige Untersuchungen ist eine exakte Beschreibung des Druck-Zeit- und des Kraft-Zeit-Verhaltens des Preßguts. Eine direkte Beschreibung (z. B. durch Polynome) ist stark von den Meßbedingungen wie z. B. verwendete Maschine, Preßdruck und Preßgeschwindigkeit abhängig, so daß die Übertragbarkeit gewonnener Daten auf andere Bedingungen nicht gewährleistet ist.

In den letzten Jahren wurden wiederholt Versuche gemacht, allgemeingültigere Beschreibungen des Kompressionsverhaltens zu finden, wobei sowohl die Änderung der Eigenschaften der fertigen Tablette in Abhängigkeit von den Preßbedingungen wie auch das Materialverhalten des Preßgutes selbst beschrieben wurden.

Gleichzeitig wurden durch verbesserte physikalische und elektronische Meßmethoden weitergehende Möglichkeiten der exakten Erfassung des Tablettiervorgangs geschaffen. Dies geschah einerseits dadurch, daß Auflösung und Genauigkeit der Messungen gesteigert wurden, andererseits aber auch dadurch, daß durch Einsatz moderner Elektronik auch dort Messungen möglich wurden, wo früher aus mechanischen oder Platzgründen eine Messung unmöglich war.

2 Frühere Arbeiten

2.1 Kompressibilität

Die Fähigkeit einer Substanz, unter Druck ihr Volumen zu reduzieren, wird als Kompressibilität bezeichnet. Sie sagt nichts über die mechanischen Eigenschaften des Preßlings aus, kann aber von Bedeutung sein, wenn man die physikalischen Aspekte der Tablettierung untersuchen will. Der Zusammenhang zwischen Preßdruck und Stempelabstand bzw. Volumen des Tablettierguts wird von verschiedenen Autoren beschrieben; stellvertretend seien hier nur die Formeln genannt, die eine weitere Verbreitung gefunden haben.

2.1.1 Walker-Bal'shin-Beziehung

Die ersten veröffentlichten Untersuchungen über die Beziehung zwischen Preßdruck und Volumenabnahme stammen von Walker (1) und Bal'shin (2). Sie fanden an verschiedenen nicht pharmazeutischen Pulvern folgende rein empirische Beziehung:

$$\log P = - L V_r + C \qquad \text{Gl. 2.1}$$

P = Preßdruck
V_r = relatives Volumen (Quotient aus scheinbarem, porenbehaftetem Volumen und wahrem, porenfreiem Volumen)
L,C = Materialkonstanten

2.1.2 Heckel-Beziehung

Die weiteste Verbreitung aller Kompressibilitätsgleichungen hat die Heckel-Beziehung (3) gefunden. Sie geht davon aus, daß die aufgrund einer Druckänderung dP hervorgerufene Dichteänderung dD_r proportional zur Porosität ϵ sei.

$$\frac{dD_r}{dP} = k\,\epsilon = k\,(1 - D_r) \qquad \text{Gl. 2.2}$$

P = Preßdruck
D_r = relative Dichte
ϵ = Porosität

Die Lösung dieser Differentialgleichung lautet:

$$\ln\left(\frac{1}{1 - D_r}\right) = k\,P + A \qquad \text{Gl. 2.3}$$

Nach Umrechnung der Dichte in das Volumen bzw. den Stempelabstand läßt sich mit einer einzigen Pressung der Verlauf des Heckel-Plots bis zum erfaßten Maximaldruck bestimmen.

2.1.3 Kawakita-Gleichung (4)

Kawakita untersuchte die relative Volumenabnahme C als Funktion des angewandten Drucks P bei sehr langsamer Pressung in einer Hydraulikpresse. Er fand dabei drei Beziehungen für Druck und Volumenreduktion:

1. Bei sehr kleinem P ist C diesem proportional;
2. bei mittlerem P ist C zu k P/(1+k P) proportional (k = Konstante);
3. bei sehr großem P nähert sich C einem Grenzwert.

Zur Beschreibung fand er eine Formel, die alle drei Prämissen vereinigt:

$$C = (V_0 - V)/V_0 = a\,b\,P\,/\,(1 + b\,P) \qquad \text{Gl. 2.4}$$

a,b = Konstanten
V_0,V = Volumina des Pulvers vor und während der Kompression

Weitere Gleichungen und ihre Zusammenhänge werden in einer Übersichtsarbeit von Lüdde und Kawakita (4) behandelt.

2.2 Komprimabilität

Die Fähigkeit eines Pulvers, unter Druck einen Formling hinreichender mechanischer Festigkeit zu bilden, wird mit Verpreßbarkeit oder Komprimabilität bezeichnet. Als Meßgrößen für die mechanische Festigkeit werden hierbei meist die Bruchfestigkeit oder die Brinell-Härte genommen.

2.2.1 Arbeiten von Shotton und Ganderton

Shotton und Ganderton fanden folgenden Zusammenhang zwischen Bruchfestigkeit F_c und maximalem Preßdruck P_m (gemittelt zwischen Ober- und Unterstempel) (5):

$$\log P_m = n F_c + C \qquad \text{Gl. 2.5}$$

n,C = Konstante

In einer weiteren Arbeit untersuchten sie die Abhängigkeit der Bruchfestigkeit von der Porosität p (6):

$$F_c = F_{c0}\, e^{-b\,p} \qquad \text{Gl. 2.6}$$

F_{c0} = Bruchfestigkeit bei Porosität = null
b = Konstante

2.2.2 Leuenberger

Leuenberger untersuchte den Einfluß von Preßdruck und relativer Dichte auf die Brinell-Härte des Preßlings (7,8):

$$F_c = F_{c.max} \left(1 - e^{-\sigma D_r P} \right) \qquad \text{Gl. 2.7}$$

$F_{c.max}$ = maximal mögliche Härte
σ = Preßsuszeptibilität
D_r = relative Dichte
P = Preßdruck

Die o.a. Gleichung gilt nur für Monosubstanzen. Jetzer (9-11) erweiterte sie auf binäre Gemische, in (9) wird auch eine Übersicht über weitere Komprimabilitätsgleichungen gegeben.

2.3 Energetische Betrachtungen

De Blaey et al. leiteten aus Preßkraft und -weg einer Exzenterpresse Nettoenergie, Anteil der Energie für plastische und elastische Verformung sowie die Reibungsenergie ab und beschrieben qualitativ deren Zusammenhang mit den Tabletteneigenschaften (12-14). Dürr et al. (15,16) fanden eine Formel für den Zusammenhang zwischen plastischem Energieanteil E_2 und dem Preßdruck:

$$E_2 = \frac{E_{2\infty} \; P}{b + P} \qquad \text{Gl. 2.8}$$

$E_{2\infty}$ = Energieübertragung auf die Tablette (E_2) bei unendlich großem Druck als Fläche unter der Druck-Weg-Kurve
P = Preßdruck
b = Konstante

$E_{2\infty}$ und b sind Materialkonstanten, die das Stoffverhalten beschreiben. Zusätzlich von Interesse ist die Energieverhältniszahl EV:

$$EV = \frac{E_2\%}{E_3\% \; E_1\%} \qquad \text{Gl. 2.9}$$

Sie ist ein Maß für das Verhältnis aus aufgenommener elastischer und plastischer Energie und damit auch ein Maß für die Tablettierbarkeit der Substanz.

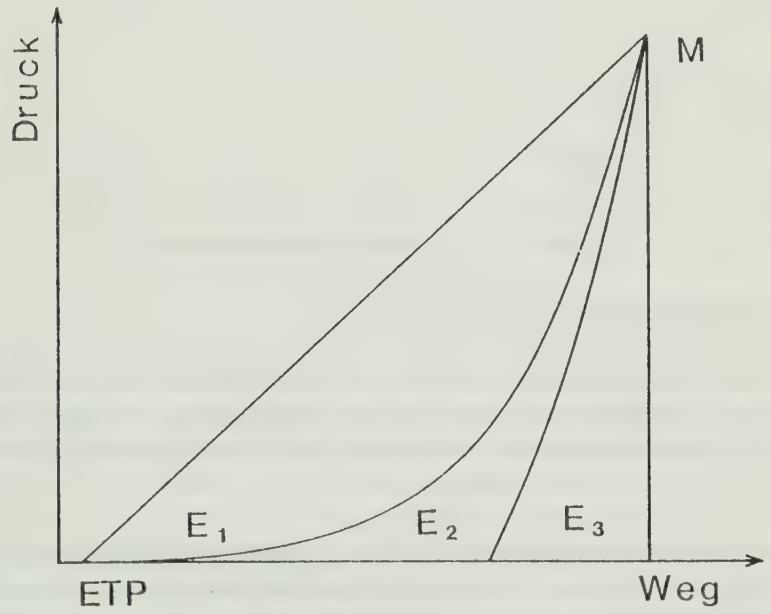


Abb. 2.1: Energieaufnahme einer Tablette (15)

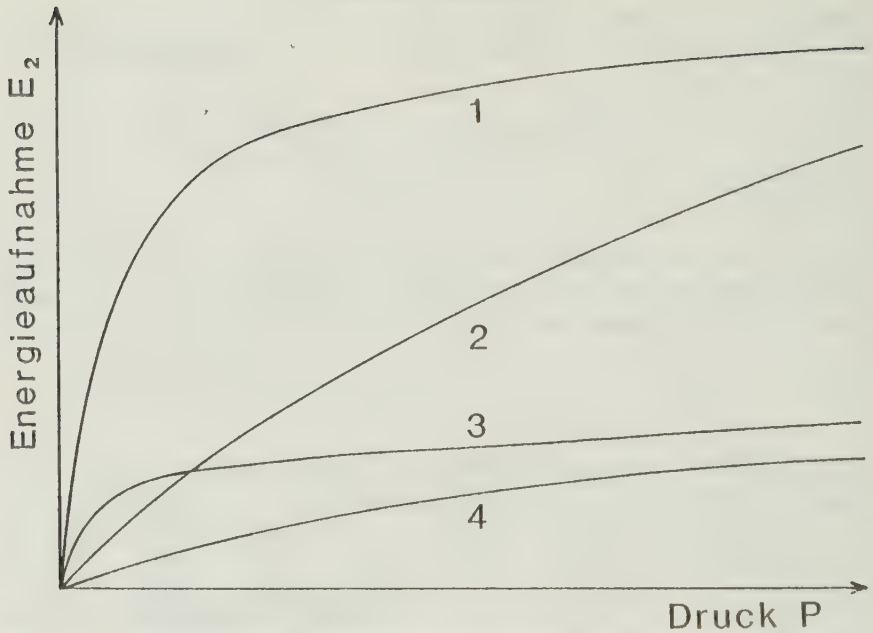


Abb. 2.2: Abhängigkeit der Energieaufnahme vom Preßdruck (15)
1 = Avicel, 2 = NaCl, 3 = Lactose, 4 = Novaminsulfon

2.4 Mohr-Coulomb'sches Fließkriterium

Beim Fließen lassen sich die an einem Partikel angreifenden Kräfte in Normalspannungen und Schubspannungen aufteilen. Ihre möglichen Anteile an der Resultierenden werden durch den Mohr'schen Spannungskreis beschrieben:

Wird ein Element des Pulverbetts in x-Richtung mit σ_x, in y-Richtung mit σ_y und auf beiden Flächen mit der Schubspannung $\tau_{xy} = \tau_{yx}$ beansprucht, gibt es eine um den Winkel α gegen die x-Achse geneigte Richtung, bei der die Schubspannung τ = null ist und in der die Spannung σ_1 wirkt (Abb. 2.3 a). Sämtliche möglichen Spannungszustände σ, τ, die zu diesem Kraftvektor gehören, werden durch den Mohr'schen Spannungskreis wiedergegeben (Abb. 2.3 b). Er ist die graphische Darstellung der sich aus Kräftegleichge-

wichten ergebenden Zusammenhänge zwischen σ, τ und α. Die beiden Hauptspannungen σ_1 und σ_2, bei denen keine Schubspannung herrscht, legen den Kreis nach Größe und Ort fest.

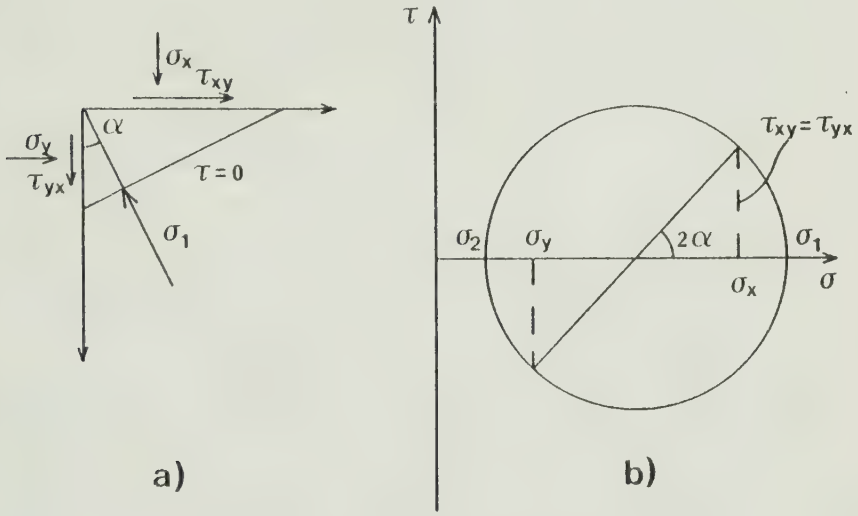


Abb. 2.3: Mohr'scher Spannungskreis:
a) Kräftediagramm b) Spannungskreis

Diese Darstellung ist unabhängig von der Definition eines Koordinatenkreuzes, so daß sich hiermit leicht eine Fließbedingung beschreiben läßt. Im Idealfall liegen alle Spannungszustände fließender Elemente auf einer Geraden, der Coulombgeraden (Abb. 2.4 a). Das zugehörige Fließkriterium lautet dann:

1. Spannungszustände unterhalb der Coulombgeraden verursachen keine plastische Deformation
2. Mohr'sche Spannungskreise, die die Coulombgerade berühren, führen zum Fließen
3. Spannungszustände oberhalb der Coulombgeraden sind physikalisch nicht möglich, da sie durch Einsetzen des Fließens verhindert werden.

Das Fließkriterium üblicher Tablettiergüter folgt aber nicht der Coulombgeraden, sondern einer gekrümmten Kurve (Abb. 2.4 b). Die Richtung der Krümmung zeigt die Richtung der Volumenänderung beim Fließen an. Während Pulver und Granulate bei niedrigen Drücken unter Volumenvergrößerung fließen (17), findet bei höheren Drükken Volumenreduktion statt (18,19).

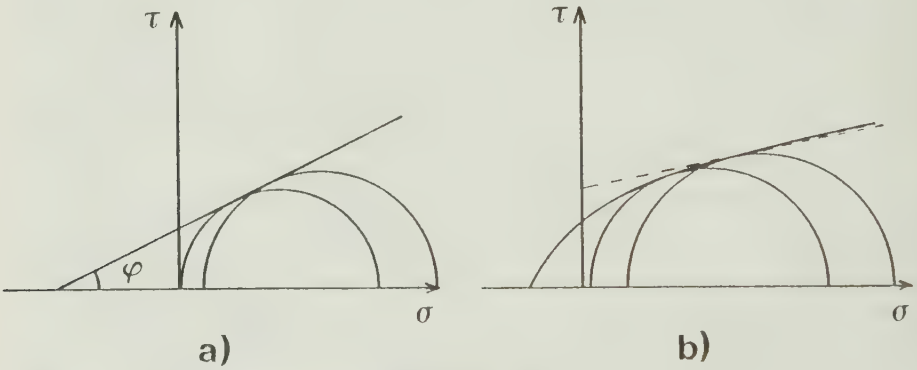


Abb. 2.4: Coulomb'sches Fließkriterium

2.5 Rückdehnung

Der beim Verpressen aufgenommene elastische Energieanteil führt dazu, daß sich die Tabletten während und nach der Kompression ausdehnen. Dieses Phänomen wird als Rückdehnung bezeichnet. Ihr Ausmaß kann für die mechanischen Eigenschaften der Tabletten bestimmend sein, wenn hierbei Bindungen wieder zerstört werden.

Emschermann (20,21) beschreibt die Rückdehnung durch Änderung des Kraft-Weg-Diagramms bei Mehrfachpressung derselben Tablette. Aulton et al. (22) bestimmten die Rückdehnung nach der Kompression mit Hilfe von induktiven Wegaufnehmern, York und Baily (23) über Beugung eines Laserstrahls. Holographische Interferometrie ermöglichte Untersuchungen an der gesamten Oberfläche unabhängig von der Tablettenform (24).

Schierstedt (25,26) beschreibt den zeitlichen Verlauf der Rückdehnung während und nach der Kompression über eine längere Zeit durch einen biexponentiellen Vorgang:

$$R = A \left(1 - e^{-K_1 t} \right) + B \left(1 - e^{-K_2 t} \right) \qquad \text{Gl. 2.10}$$

R = Rückdehnung

A, B, K_1, K_2 = Konstanten

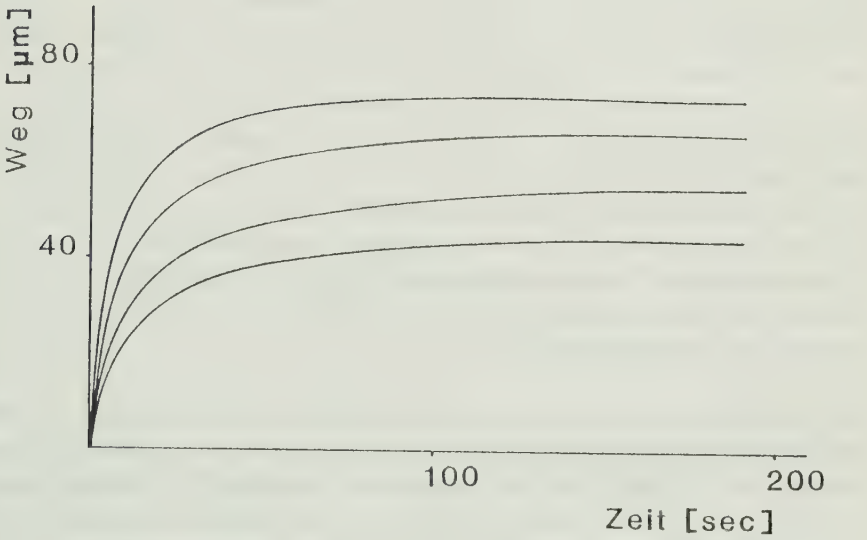


Abb. 2.5: Rückdehnung von Maisstärke bei verschiedenen Preßdrücken nach (25)

Geht man davon aus, daß die Rückdehnung eine viskoelastische Antwort auf eine in der Tablette beim Pressen fixierte Spannung ist, so entspricht diese Formel dem Kriechen eines Vier-Parameter-Modells, wobei allerdings nicht entschieden werden kann, ob das Modellverhalten einem Solid oder einem Fluid entspricht.

2.6 Arbeiten über Viskoelastizität von Tabletten

Viskoelastizität beschreibt gleichzeitig das viskose und das elastische Verhalten von Komprimaten (siehe Theorie zur Viskoelastizität). Da übliche Tablettenmaschinen einen symmetrischen Wegverlauf ergeben sollten, kann die Unsymmetrie einer Druck-Weg-Kurve als Maß für die Viskoelastizität genommen werden. Dietrich (27) benutzt deshalb die modifizierte Weibull-Funktion zur Beschreibung des Druck-Zeit-Verlaufs und leitet aus deren Gleichmäßigkeitszahl unterschiedliches viskoelastisches Verhalten ab.

Messungen, bei denen der Stempel im Wegmaximum festgehalten und das Nachlassen der Kraft gemessen wird, bezeichnet man als statische Relaxationsmessungen. Als Parameter zur Beschreibung wird entweder der prozentuale Kraftrückgang bis zu konstanter Preßkraft (28) oder die Abnahmegeschwindigkeit herangezogen. Meist läßt sich nicht nur eine Relaxationszeit finden, sondern ein ganzes Relaxationsspektrum (29-31).

Voraussetzung hierfür ist, daß sich das Relaxationsverhalten mit dem Maxwell-Modell beschreiben läßt. Caspar (32-34) konnte am Exzenter zeigen, daß sich die Kompression gängiger Preßgüter besser mit der Kombination mehrerer Kelvin-Körper darstellen läßt. Dies gilt sowohl für statische wie auch für dynamische Messungen.

In (35-38) werden dreidimensionale viskoelastische Studien an verschiedenen Tablettenpressen beschrieben. Hiestand et al. (37) bestimmten dabei auch die Verstärkung der Spannungen durch lokale Fehlstellen in der Tablette (wie z. B. Mikrorisse oder Löcher)

sowie deren Einfluß auf die Bruchfestigkeit der Tabletten. Danielson et al. (38) untersuchten Viskoelastizität in drei Dimensionen an Rundläufertablettenpressen, wobei sie Stempel- und Matrizenwandkräfte maßen und den Weg aus der Stempel- und Maschinengeometrie errechneten. Die Problematik der Berechnung des Weges wird durch Wiederkehr-von Vincenz (39) aufgezeigt.

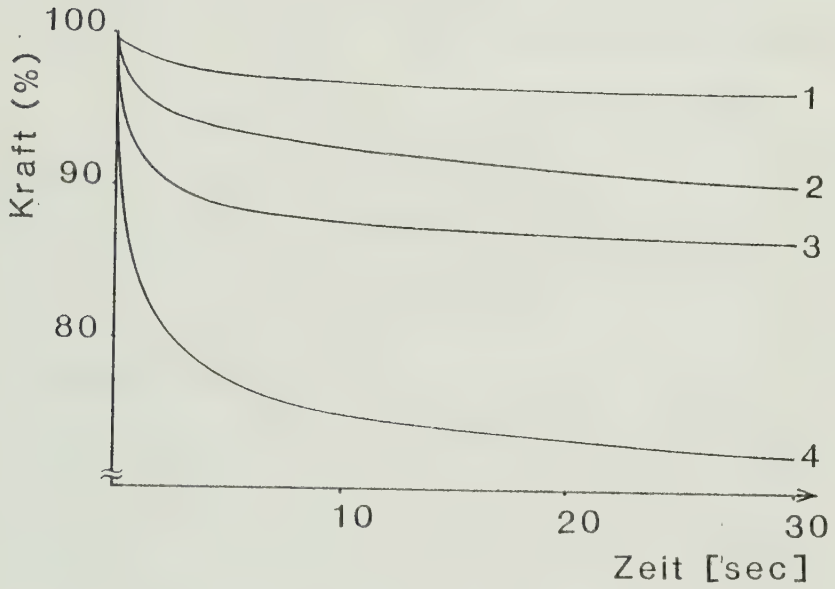


Abb. 2.6: Statische Relaxation (32)

1 = Borsäure
2 = Acetylsalicylsäure
3 = Tablettose
4 = Maisstärke

3 Theorie der Viskoelastizität (40)

Der Begriff Viskoelastizität bezeichnet das Verformungsverhalten eines Materials in Abhängigkeit von der Kraft. Hierin können sowohl viskose wie auch elastische Komponenten enthalten sein. Dabei legt man zugrunde, daß der betrachtete Stoff von einheitlicher, zusammenhängender Struktur ist; eine Voraussetzung, die bei Tablettiergütern mikroskopisch nicht, makroskopisch aber zumindest annähernd gegeben ist.

Zur Beschreibung der Viskoelastizität benutzt man mathematische Modelle, mit denen das Materialverhalten mit hinreichender Genauigkeit beschrieben werden kann, ohne daß dem Modell immer eine offensichtliche physikalische Vorstellung zugrunde liegt. Dennoch sind die Modelle aus einfachen physikalischen Grundkörpern abgeleitet, wobei sich die Eigenschaften der Kombination aus den Eigenschaften der Grundkörper herleiten lassen.

Bei den folgenden Betrachtungen werden nur die Begriffe Spannung und Deformation verwendet. Spannungen bezeichnen Kräfte, die in einem Körper angreifen. Sie werden meist als Kraft pro Fläche eines unendlich kleinen Segments definiert, Preßdrücke haben aber einen ähnlichen Charakter und lassen sich mathematisch gleich behandeln.

Deformationen beschreiben lokale Längenänderungen, meist bezogen auf die Ausgangslänge. Wegmessungen - wie sie am Rundläufer gewonnen werden können - ergeben Informationen über die Deformation bezogen auf ein fixes Koordinatensystem außerhalb des deformierten Körpers.

3.1 Grundkörper

Grundelemente aller hier vorgestellten Modelle sind Feder und Stoßdämpfer.

3.1.1 Feder

Die Feder symbolisiert die Modellvorstellung für ein Element mit rein elastischen Eigenschaften. Bei ihm ist die Kraft direkt proportional zu einer Deformation gegenüber dem Ruhezustand (Hookesches Gesetz).

$$\sigma = E\ \epsilon \qquad \text{Gl. 3.1}$$

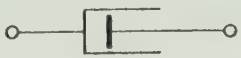
σ = Spannung (Kraft)
ϵ = Deformation (Weg) = $\Delta l / l_0$
E = Young-Modul (Elastizitätsmodul)

3.1.2 Stoßdämpfer

Der Stoßdämpfer zeigt ideal viskoses Verhalten, d. h. die anliegende Kraft ist nur abhängig von der Verformungsgeschwindigkeit und unabhängig von der Verformung selbst.

$$\sigma = G\ (d\epsilon/dt) \qquad \text{Gl. 3.2}$$

G = Schubmodul = Viskosität



3.2 Einfache viskoelastische Modelle

Viskoelastische Modelle werden durch Kombination der beiden Grundelemente Feder und Stoßdämpfer erhalten. Die Kombinationen Feder-Feder oder Stoßdämpfer-Stoßdämpfer verhalten sich wie entsprechend größere Einzelelemente, sind also wenig sinnvoll und mathematisch nicht trennbar. Die kleinste sinnvolle Kombination besteht somit aus einer Feder und einem Stoßdämpfer, die in Serie oder in Reihe geschaltet sein können.

3.2.1 Maxwell-Körper

Die Serienschaltung von Feder und Stoßdämpfer wird 'Maxwell-Körper' genannt. Während über beiden Elementen die gleiche Spannung (Kraft) liegt, addieren sich die Deformationen.

$$\sigma = \sigma_F = \sigma_S \qquad \text{Gl. 3.3}$$

$$\epsilon = \epsilon_F + \epsilon_S \qquad \text{Gl. 3.4}$$

Indices: F = Feder, S = Stoßdämpfer

Wird dieser Körper deformiert, so gilt:

$$\frac{d\epsilon}{dt} = \frac{d\epsilon_F}{dt} + \frac{d\epsilon_S}{dt} \qquad \text{Gl. 3.5}$$

Durch Einsetzen von Gl. 3.1 und Gl. 3.2 erhält man:

$$\frac{d\epsilon}{dt} = \frac{d\sigma_F}{dt}\,\frac{1}{E} + \frac{\sigma_S}{G} \qquad \text{Gl. 3.6}$$

bzw. wegen $\sigma = \sigma_F = \sigma_S$:

$$\frac{d\epsilon}{dt} = \frac{d\sigma}{dt}\frac{1}{E} + \frac{\sigma}{G} \qquad \text{Gl. 3.7}$$

Für die übliche Anordnung des statischen Verpressens - also ϵ = const. bzw. $\frac{d\epsilon}{dt}$ = null - ist der Differentialansatz lösbar:

$$\sigma = \sigma_0 \, e^{-\frac{t\,E}{G}} \qquad \text{Gl. 3.8}$$

Der Quotient G/E wird auch als Relaxationszeit τ bezeichnet. Sie gibt die Zeit an, in der bei konstanter Deformation - z. B. bei konstantem Stempelabstand - die Spannung (Kraft) auf den e-ten Teil des Ausgangswertes σ_0 abfällt.

Bei Tabletten findet man oft nicht nur eine Relaxationszeit, sondern ein ganzes Relaxationsspektrum (29-31), was darauf hindeutet, daß das einfache Maxwell-Modell die Pressung nur unzureichend beschreibt.

Multipliziert man Gl. 3.7 mit G, so ist:

$$\frac{d\epsilon}{dt}\,G = \frac{d\sigma}{dt}\frac{G}{E} + \sigma \qquad \text{Gl. 3.9}$$

Nach Zusammenfassen der Faktoren ergibt sich in anderer Schreibweise die Standardform der konstitutiven Gleichung:

$$\sigma + p_1\dot{\sigma} = q_1\dot{\epsilon} \qquad \text{Gl. 3.10}$$

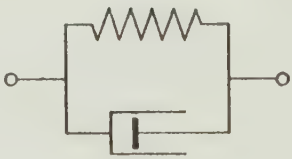
Dabei bedeuten die Punkte über den Formelzeichen die der Anzahl der Punkte entsprechende Ableitung der Größe gegen die Zeit.

Die Standardform der konstitutiven Gleichung zeichnet sich dadurch aus, daß in ihr die Spannung mit dem Faktor eins vorkommt und alle anderen beteiligten Komponenten Vielfache der Deformation und der Ableitungen von Spannung und Deformation gegen die Zeit sind.

Beim Maxwell-Modell geht nach unendlicher Zeit die Kraft auf den Wert null zurück, selbst bei kleinster Kraft verformt sich der Körper ins Unendliche. Da diese Eigenschaften eine Flüssigkeit charakterisieren, wird der Maxwell-Körper auch als Maxwell-Fluid bezeichnet.

3.2.2 Kelvin-Modell (Voigt-Modell)

Die Parallelschaltung von Feder und Stoßdämpfer wird als Kelvin- oder Voigt-Körper bezeichnet. Bei dieser Kombination erfahren beide Komponenten die gleiche Deformation, die Kräfte über den Einzelelementen addieren sich zur Gesamtkraft.



$$\sigma = \sigma_F + \sigma_S \qquad \text{Gl. 3.11}$$

$$\epsilon = \epsilon_F = \epsilon_S \qquad \text{Gl. 3.12}$$

bzw. nach Einsetzen von Gl. 3.1 und Gl. 3.2:

$$\sigma = E\,\epsilon + G\,\frac{d\epsilon}{dt} \qquad \text{Gl. 3.13}$$

Nach Umschreiben erhält man auch hier die Standardform:

$$\sigma = q_0\epsilon + q_1\dot{\epsilon} \qquad \text{Gl. 3.14}$$

Für konstante Spannung σ_0 läßt sich der Differentialansatz Gl. 3.13 lösen:

$$\epsilon = \frac{\sigma_0}{E} \left(1 - e^{-(\lambda t)} \right) \quad \text{mit } \lambda = E/G \qquad \text{Gl. 3.15}$$

Der Körper verformt sich also nicht bis ins Unendliche. Bei konstanter Verformung entspricht die Spannung der Federspannung, im Unterschied zum Maxwell-Körper also einem von null verschiedenen Wert. Diese Eigenschaften charakterisieren einen Feststoff, deshalb wird der Kelvin-Körper auch als Kelvin-Solid bezeichnet.

Die Zeitabhängigkeit der Deformation unter diesen Bedingungen wird durch die "creep-compliance" J (die beste Übersetzung lautet wohl Kriechvermögen) beschrieben. Sie ergibt sich aus dem Quotienten der Deformation (als Funktion der Zeit) und der konstanten Spannung σ_0:

$$J(t) = \epsilon(t)/\sigma_0 \qquad \text{Gl. 3.16}$$

Sie läßt sich auch für jedes andere Modelle bestimmen und beschreibt vollständig das Spannungs-Deformationsverhalten des Materials.

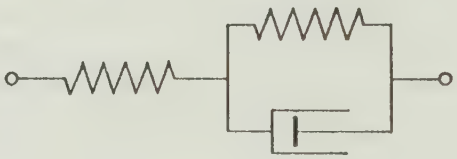
3.3 Kompliziertere Modelle

Reichen Kombinationen einer Feder und eines Stoßdämpfers zur Beschreibung des Kompressionsverhaltens nicht mehr aus, so können kompliziertere Modelle durch beliebige Kombination mehrerer Federn und Stoßdämpfer entwickelt werden. Auch hier ergibt sich das Gesamtverhalten aus der Kombination des Verhaltens der Einzelkomponenten, allerdings ist die physikalische Deutung nicht immer einsichtig.

Ob das resultierende Modell als Solid oder als Fluid reagiert, hängt nur davon ab, ob im Modell ein freier, mit keiner Feder parallel verknüpfter Stoßdämpfer vorhanden ist, der natürlich bis ins Unendliche fließen kann.

Alle möglichen Kombinationen von Federn und Stoßdämpfern lassen sich durch eine Standardgleichung beschreiben. Je nach Eigenschaft des Modells können dabei ein oder mehrere Koeffizienten $p_{0...n}$ bzw. $q_{0...n}$ null oder annähernd null werden.

Im folgenden sind einige Modelle mit ihren Standardgleichungen abgebildet:

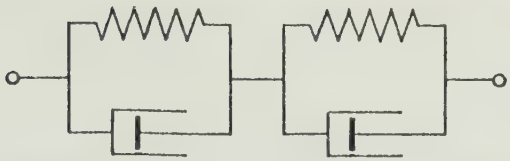


3-Parameter-Solid:

$$\sigma + p_1\dot{\sigma} = q_0\epsilon + q_1\dot{\epsilon} \qquad \text{Gl. 3.17}$$

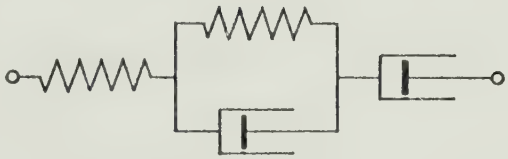
3-Parameter-Fluid:

$$\sigma + p_1\dot{\sigma} = q_1\dot{\epsilon} + q_2\ddot{\epsilon} \qquad \text{Gl. 3.18}$$



4-Parameter-Solid:

$$\sigma + p_1\dot{\sigma} = q_0\epsilon + q_1\dot{\epsilon} + q_2\ddot{\epsilon} \qquad \text{Gl. 3.19}$$



4-Parameter-Fluid:

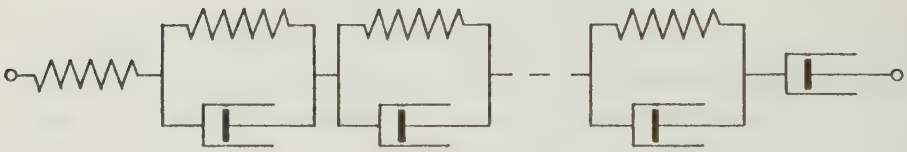
$$\sigma + p_1\dot{\sigma} + p_2\ddot{\sigma} = q_1\dot{\epsilon} + q_2\ddot{\epsilon} \qquad \text{Gl. 3.20}$$

Die allgemeine Form der Modelle wird durch die Gleichung

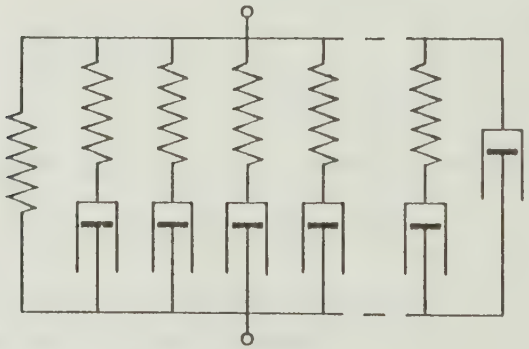
$$\sigma + p_1\dot{\sigma} + p_2\ddot{\sigma} + \ldots = q_0\epsilon + q_1\dot{\epsilon} + q_2\ddot{\epsilon} + \ldots \qquad \text{Gl. 3.21}$$

beschrieben. Die Konstanten der Gleichung setzen sich dabei aus jeweils mehreren Mikrokonstanten der zugrundeliegenden Federn und Stoßdämpfern zusammen. Dies führt dazu, daß die zusammengesetzten Konstanten einige Ungleichungen erfüllen müssen, damit alle beteiligten Mikrokonstanten reell sein können und keinen komplexen Charakter haben müssen. Beispiele derartiger Bedingungen finden sich für einfache Modelle in (40).

Die zugehörigen Modelle können wie folgt dargestellt werden:



Kelvin-Modell mit n Elementen (hier: Fluid)



Maxwell-Modell mit n Elementen (hier: Solid)

Außer diesem Modelltyp, der Spannungen und Deformationen nur in einer Raumrichtung beschreibt, gibt es noch dreidimensionale Darstellungen, die mit Hilfe der Tensorrechnung durchgeführt werden. Sie berücksichtigen auch Kraftübertragungen in den anderen Raumrichtungen, sind aber auch wesentlich empfindlicher gegen Verletzungen der Voraussetzung eines Kontinuums.

4 Problemstellung

Caspar (32,34) konnte zeigen, daß der Preßverlauf einer Exzenterpresse bis zum unteren Totpunkt mit Hilfe viskoelastischer Modelle beschreibbar ist. Dabei stellte sich heraus, daß der Einfluß der Preßcharakteristik nicht zu vernachlässigen ist.

Deshalb galt es zu untersuchen, ob die Anwendung viskoelastischer Modelle zur Beschreibung des Preßverlaufs auch am Rundläufer möglich ist. Da theoretisch sowohl die prä- wie auch die postkompressive Phase den gleichen viskoelastischen Gesetzen folgt, sollte ferner abgeklärt werden, ob eine Beschreibung auch über den Totpunkt hinaus möglich ist.

Nach Flügge (40) beschreibt Viskoelastizität ein Materialverhalten. Deshalb sollte ferner untersucht werden, ob das gefundene Verhalten stoffspezifisch ist, was sich darin äußert, daß die Beschreibung der Kompression unabhängig von Preßdruck und -geschwindigkeit möglich ist, oder ob den viskoelastischen Vorgängen andere Phänomene überlagert sind.

Dazu mußte eine geeignete Meßanordnung für eine vorhandene Rundläufertablettenpresse entwickelt werden. Wegen der notwendigen Auflösung konnte dabei nicht auf in der Literatur beschriebene Instrumentierungen zurückgegriffen werden. Als weitere Anforderung war zu erfüllen, daß die Maschine unter ähnlichen Bedingungen verwendbar sein sollte, wie es mit einer nicht modifizierten Maschine möglich gewesen wäre.

5 Meßanordnung

5.1 Übersicht

Eine Übersicht über die vollständige Meßanordnung zur Druck- und Wegmessung gibt Abb. 5.1. Sie besteht aus den Meßwertaufnehmern, einem Schleifringübertrager, Anpaßschaltungen und einem Computer zur Datenerfassung.

5.2 Tablettenmaschine

Alle Versuche wurden auf einem Labor-Rundläufer Fette HANSEATEN PERFECTA P1, Maschine Nr. 261, Baujahr 1972 (1) durchgeführt. Der Antrieb erfolgte über Drehstrommotor mit Stufenscheibe und Keilriementrieb. Die Drehzahl konnte durch Umlegen des Keilriemens auf 10, 20 und 30 min^{-1} eingestellt werden (41).

Als Werkzeug kamen plane Eurostempel mit 12 mm Durchmesser zur Anwendung. Die Maschine war werksmäßig zur Messung des Unterstempeldrucks instrumentiert und mußte nachträglich auf zusätzliche Druckmessung am Oberstempel und auf Wegmessung umgebaut werden.

Dazu wurde ein zusätzliches Loch vom Matrizentisch in die hohle Antriebswelle gebohrt, durch das die Anschlußkabel der Dehnungsmeßstreifen am Oberstempel und des Wegaufnehmer geführt wurden; der Anschluß des Unterstempels erfolgte durch die vorhandene Bohrung unter dem Matrizentisch. Zur Unterbringung des Wegtasters mußte ein Stempelpaar entfernt werden.

5.3 Druckmessung

Druck läßt sich nicht direkt elektrisch messen; deshalb wird im allgemeinen als Hilfsgröße die dem Druck proportionale Verformung eines im Meßbereich rein elastischen Körpers - hier der Stempelhalter - durch passende Meßaufnehmer elektrisch erfaßt. Die ver-

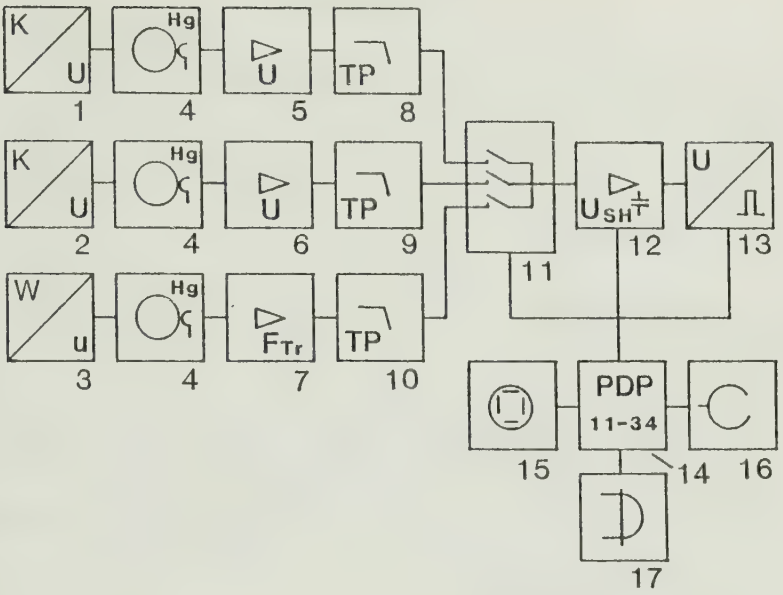


Abb. 5.1: Meßkette zur Datenerfassung

1,2 = Dehnungsmeßstreifen-Vollbrücke
3 = Wegtaster (LVDT)
4 = Quecksilberschleifringübertrager
5,6 = Gleichspannungsmeßbrücke mit Brückenspeisung
7 = Trägerfrequenzmeßverstärker
8-10 = Tiefpaßfilter
11 = Analogmultiplexer
12 = Sample-and-Hold-Verstärker
13 = Analog-Digitalwandler
14 = Minicomputer PDP 11-34 a
15 = Graphikbildschirm
16 = Magnetplatte
17 = Papierausgabegerät (Digitalplotter und Drucker)

schiedenen Meßmethoden werden in (42,43) diskutiert. Wegen der günstigeren elektrischen Auswertung kamen bei unserer Instrumentierung Dehnungsmeßstreifen zur Anwendung, deren Einsatz zur Druckmessung in einem Übersichtsartikel von Rahm (44) ausführlich dargestellt wird. Druckmessungen am Rundläufer werden u.a. in (39,45-52) beschrieben.

Der zur Druckmessung benötigte Teil der Meßkette gliedert sich wie folgt:

- Dehnungsmeßstreifen als Meßfühler am Stempelhalter
- Dehnungsmeßstreifen zur Ergänzung der Meßfühler zu einem Meßwertaufnehmer in Form einer Widerstandsmeßbrücke
- Brückenverstärker mit Tiefpaßfilter zur Signalkonditionierung

5.3.1 Dehnungsmeßstreifen

Als Meßfühler dienten Folien-Dehnungsmeßstreifen Hottinger 6/350 LY 11 mit einem an Stahl angepaßten Temperaturgang (53). Sie wandeln das mechanische Kraftsignal in eine analoge Widerstandsänderung. Die Anbringung an den Stempelhalter erfolgte durch die Firma Fette, dabei wurde der Belastbarkeitsbereich mit maximal 80 kN so gewählt, daß sowohl ausreichende Empfindlichkeit bei geringem Eigenrauschen im Meßbereich als auch genügende mechanische Festigkeit bei allen mit der Presse erreichbaren Drücken gewährleistet ist.

Jeder Meßaufnehmer besteht aus zwei aktiven DMS, die mit zwei passiven DMS zur Temperaturkompensation zu einer Vollbrücke zusammengeschaltet sind. Nach Anlegen einer Hilfsenergie (Brückenspeisespannung) kann über der Brückendiagonale eine dem Preßdruck proportionale Spannung abgegriffen werden.

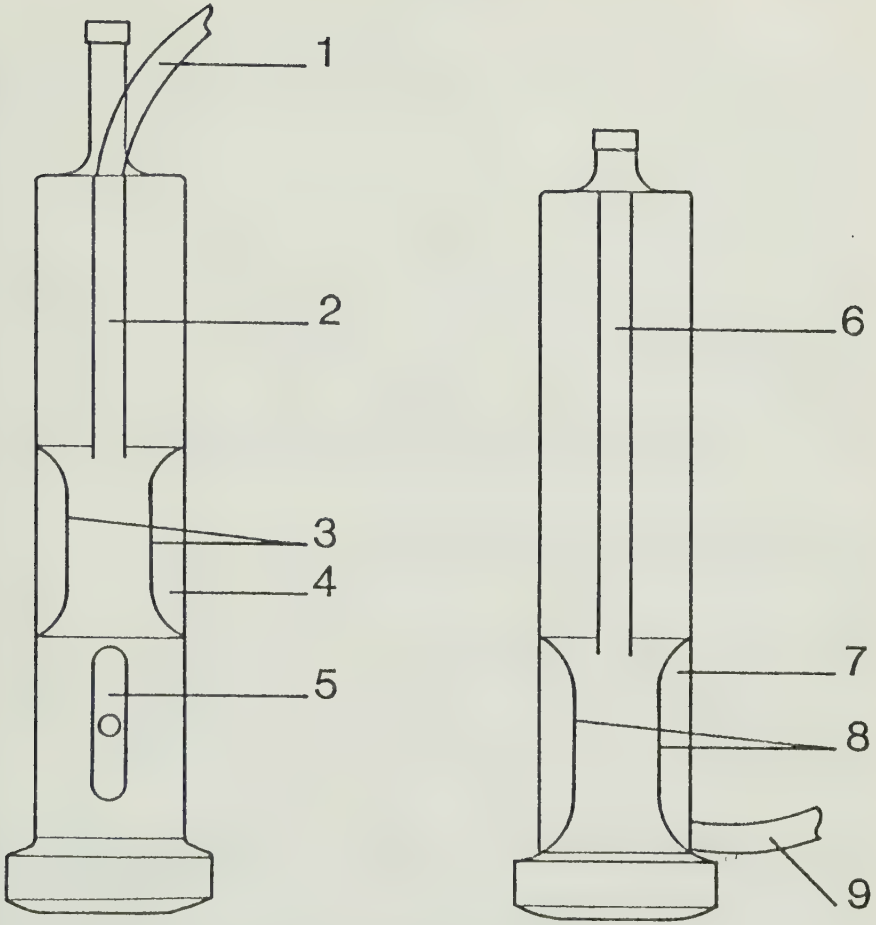


Abb. 5.2: Anbringung der DMS an den Stempeln

1,9 = Anschlußkabel
2 = Nut für Anschlußkabel
3,8 = Klebestellen für DMS
4,7 = Kunststoffverfüllung
5 = Führungsschiene gegen Verdrehen
6 = Führungsnut gegen Verdrehen

Die Anordnung der DMS an den Stempelhaltern ist aus Abb. 5.2 ersichtlich. Die Technik der Anbringung kann der Literatur (54,55) entnommen werden.

5.3.2 Brückenverstärker

Als Brückenverstärker benutzten wir zwei Gleichspannungsverstärker Hottinger MG 3120 B (2). Sie stellen die stabilisierte Brückenspeisespannung von 10 V zur Verfügung und verstärken das Ausgangssignal der DMS-Brücken von maximal 5 mV auf 10 V. Der Linearitätsfehler beträgt weniger als 0,01 %, das Rauschen weniger als 1,3 Mikrovolt effektiv (56). Nachgeschaltete Tiefpaßfilter reduzieren die obere Grenzfrequenz von ca. 50 kHz auf 10 kHz.

5.3.3 Kalibrierung der Druckmessung

Die Kalibrierung der Kraftmessung erfolgte mit Hilfe einer Hydraulikpresse Beckman Modell P16 (3). Dabei wurden der zu kalibrierende Stempel komplett mit Halter in der Presse belastet und das sich ergebende Signal im Rechner erfaßt. Dadurch konnten alle eventuellen Fehler der Meßkette mit berücksichtigt werden.

Eine typische Kalibrierkurve zeigt Abb. 5.3. Die Unlinearität nahe dem Nullpunkt ergab sich aus der Eigenreibung des Hydraulikzylinders der Presse und zeigte sich auch bei einem Vergleich gegen eine hochlineare Kraftmeßdose Siemens Typ MO 7300 (4); deshalb wurden mittels linearer Regression Kalibrierfaktoren aus den Daten des linearen Teils ermittelt, die so in einer Datei abgespeichert wurden, daß bei den Auswertungen der eigentlichen Messungen die zum jeweiligen Zeitpunkt gültige Kalibrierung automatisch berücksichtigt wurde.

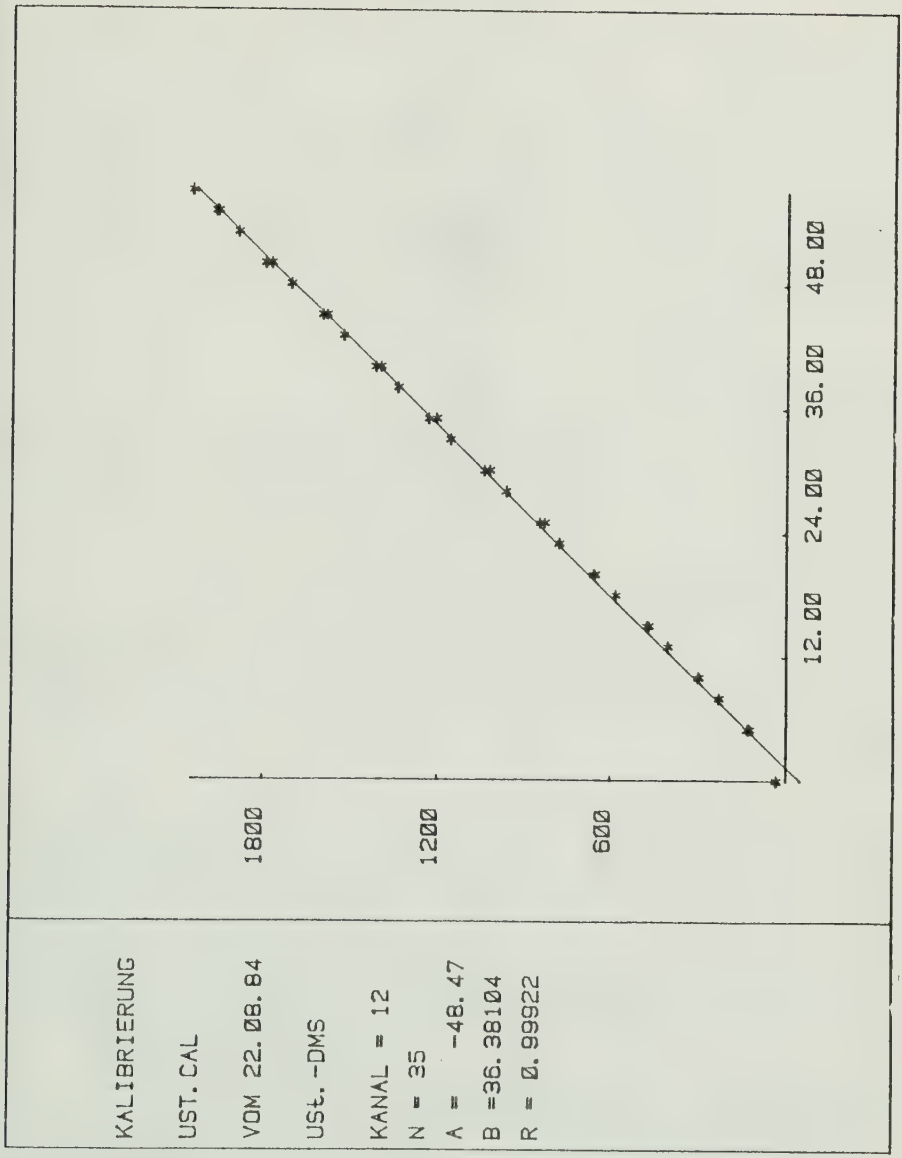


Abb. 5.3: Kalibrierung des Unterstempel-DMS

5.4 Wegmessung

Im Gegensatz zur Exzentermaschine (13,21,25,32) sind Wegmessungen am Rundläufer bisher fast nie vorgenommen worden. Erste Messungen erfolgten durch Wiederkehr-von Vincenz (39,52), ihre Meßanordnung wurde später von Fette als PERFECTA PlF in den Handel gebracht. Wegen der für unsere Zwecke zu geringen Auflösung von 15 Mikrometern (39) mußte eine neue Meßanordnung entwickelt werden.

5.4.1 Wegaufnehmer

Als Wegaufnehmer kam ein Wegtaster Schaevitz GCA-121-050 Seriennummer 3562 (5) mit einem Meßbereich von $\pm$1,25 mm zur Anwendung. Er basiert auf dem Prinzip des linearen variablen Differentialtransformators, einem induktiven Verfahren, bei dem nicht die Impedanzänderung sondern die unterschiedliche Überkopplung von Energie in zwei Sekundärspulen zur Positionsermittlung genutzt wird (57-59). Dadurch wird eine im Vergleich zu herkömmlichen Wegaufnehmern höhere Auflösung bei größerer Störunempfindlichkeit erreicht; so betragen Auflösung und Reproduzierbarkeit je 0,6 Mikrometer (59).

Um den Wegaufnehmer nicht über den vollen Hub des Rundläufers (5 cm) führen zu müssen, wurde ein Wegtaster verwendet, dessen Spitze nicht fest mit dem Gegenlager verbunden sein muß, da die Tastspitze durch Federkraft gegen das Gegenlager gedrückt wird. Der Wegtaster wurde durch Einbau einer Gummischeibe in den vorderen Anschlag so modifiziert, daß Beschädigungen bei abruptem Abheben der Tastspitze vermieden wurden (Abb. 5.4).

5.4.2 Anbringung des Wegaufnehmers

Die Anbringung des Wegaufnehmers zeigt Abb. 5.5. Dabei ist der Wegtaster mittels eines Verbindungsstücks aus 10 mm dickem Messing direkt mit dem Oberstempelhalter verbunden; als Gegenlager

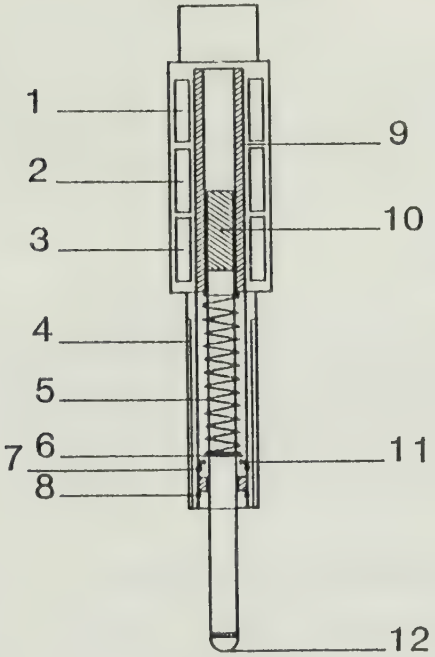


Abb. 5.4: Wegtaster (LVDT)

1,3 = Sekundärspule
2 = Primärspule
4 = Gewinde 1/2-20 UNF-2A
5 = Rückholfeder
6 = Anschlag des beweglichen Teils
7,8 = Federring
9 = Teflon-Führungsbuchse
10 = Magnetisch hochpermeabler Kern
11 = Prallscheibe aus Silikongummi (Anschlag des unbeweglichen Teils)
12 = Tastspitze

dient eine verstellbare Platte, die mit einem ähnlichen Verbindungsstück am Unterstempel befestigt ist. Der Einbau erfolgte so, daß der Wegaufnehmer mit seinem Gegenlager den Raum des dem Meßstempel nachfolgenden Stempelpaares einnimmt; die zugehörige Matrize wurde durch einen Leermatrize mit großer Öffnung ersetzt.

5.4.3 Meßverstärker

Zur Signalaufbereitung ist der Wegtaster an einen Trägerfrequenz-Meßverstärker Schaevitz SLN 5110, Seriennummer 086 angeschlossen, der die Speisespannung liefert und das Signal auf $\pm$10 V anhebt. Ein nachgeschaltetes Tiefpaßfilter dient zur Begrenzung des Frequenzgangs und unterdrückt die Speisefrequenz auf dem Ausgangssignal.

5.4.4 Zusatzeinrichtungen zum Wegaufnehmer

Eine Gummimembran dichtet das Gegenlager des Wegaufnehmers gegen die Leermatrize ab, um ein Durchfallen des Granulates beim Passieren des Füllschuhs zu vermeiden. Gleichzeitig wird die Spitze des Wegtasters mit einer Führungsschiene über den Füllschuh gehoben (Abb. 5.6). Nach Absenken des Meßstempels und Eintauchen in die Matrize wird das in der Leermatrize verbliebene Tablettiergut mit Preßluft abgeblasen. Dazu wird ein nur bei der Leermatrize öffnendes Preßluftventil durch den Revolverkranz gesteuert (Abb. 5.7).

Zusätzlich zum Abstreifer werden die Tabletten mit Preßluft von den Stempeln geblasen, um zu verhindern, daß sie in die Leermatrize fallen.

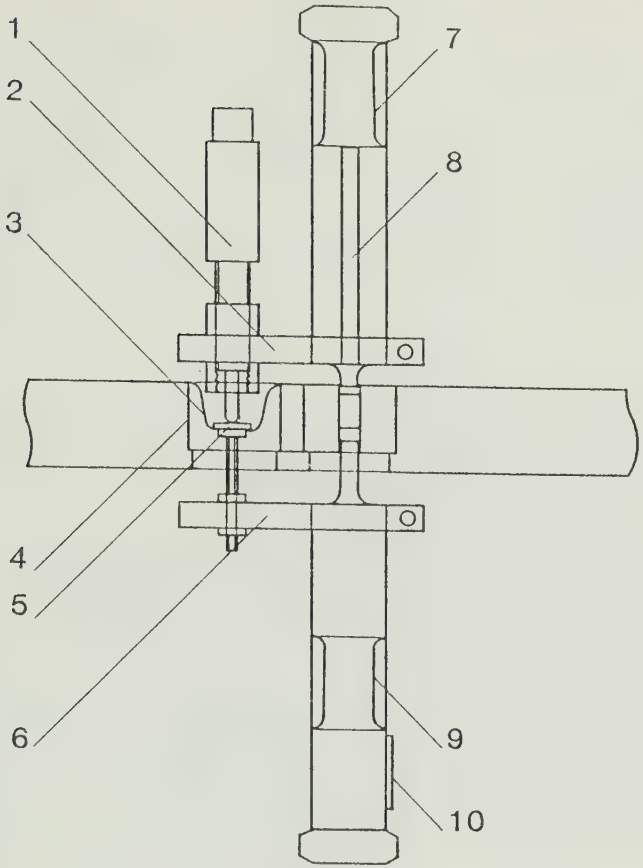


Abb. 5.5: Anbringung des Wegtasters

1 = Wegtaster
2,6 = Verbindungsstück aus Messing
3 = Gummimembran
4 = Leermatrize
5 = Gegenlager
7,9 = Anbringestellen für DMS
8 = Führungsnut gegen Verdrehen des Oberstempels
10 = Führungsschiene gegen Verdrehen des Unterstempels

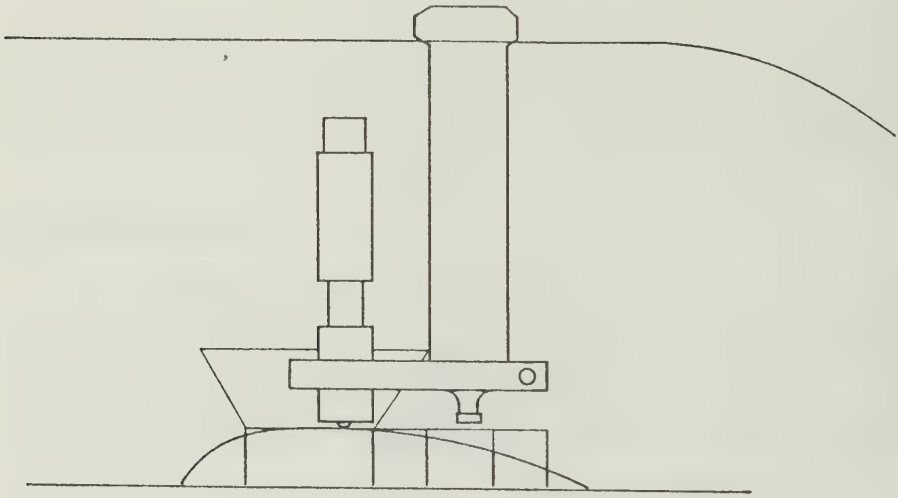


Abb. 5.6: Führung des Wegtasters über den Füllschuh

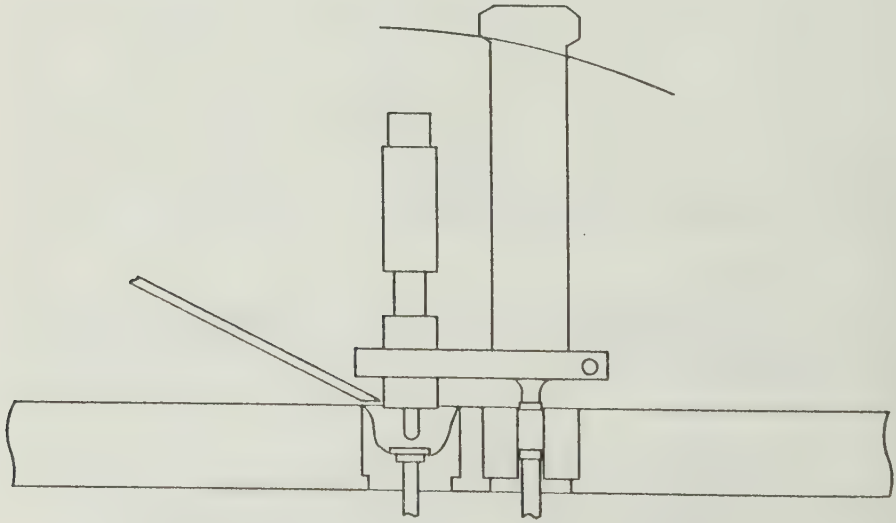


Abb. 5.7: Ausblasen von Preßgut aus der Leermatrize

5.4.5 Kalibrierung des Wegtasters

Der Wegtaster wurde gegen eine Mikrometerschraube mit 1 Mikrometer Auflösung (6) kalibriert. Dabei wurde in 10-Mikrometer-Schritten ein Wegwert vorgegeben und das entsprechende Wegsignal in den Rechner eingelesen. Die durch eine Regressionsrechnung bestimmten Kalibrierfaktoren wurden in der gleichen Datei gespeichert wie die der Druckaufnehmer. Eine typische Kalibrierkurve zeigt Abb. 5.8.

Die Einstellvorrichtung für die Druckrollen ist so konstruiert, daß ein Pressen von Stempel auf Stempel nicht möglich ist. Da außerdem der Ein- und Ausbau der Matrize bei eingebautem Wegtaster nicht möglich ist, konnte die Stauchung der Stempel nicht durch Messung der Stempelverformung bei Pressen auf genormte Endmaße (als Ersatz für einen Preßling in der Matrize) oder durch "Stempel-auf-Stempel"-Pressung bestimmt werden. Derartige Messungen haben auch den Nachteil, daß kleine, durch die Herstellungstoleranzen bedingte Abweichungen von der Parallelität der Stempeloberflächen die gemessene Stauchung stark verfälschen, da hier das Verformungsverhalten bis zum Aufeinanderliegen der gesamten Oberflächen mit erfaßt wird. Diese Verformung tritt aber bei der Verpressung von Tablettiergut nicht auf, da dort bereits zu Beginn der Pressung die gesamte Oberfläche der Stempel in Kontakt zum Preßmaterial tritt.

5.5 Schleifringübertrager

Zwischen die Meßwertaufnehmer und die Meßverstärker wurde ein 12-poliger Quecksilberschleifringübertrager MKSO 12 Seriennummer 6277 (7) geschaltet. Vor Einbau wurde die Grenzfrequenz mit über 1 MHz bestimmt, Störspannungen sowie Übersprechen zwischen den einzelnen Leitungen lagen unterhalb der Erfassungsgrenze.

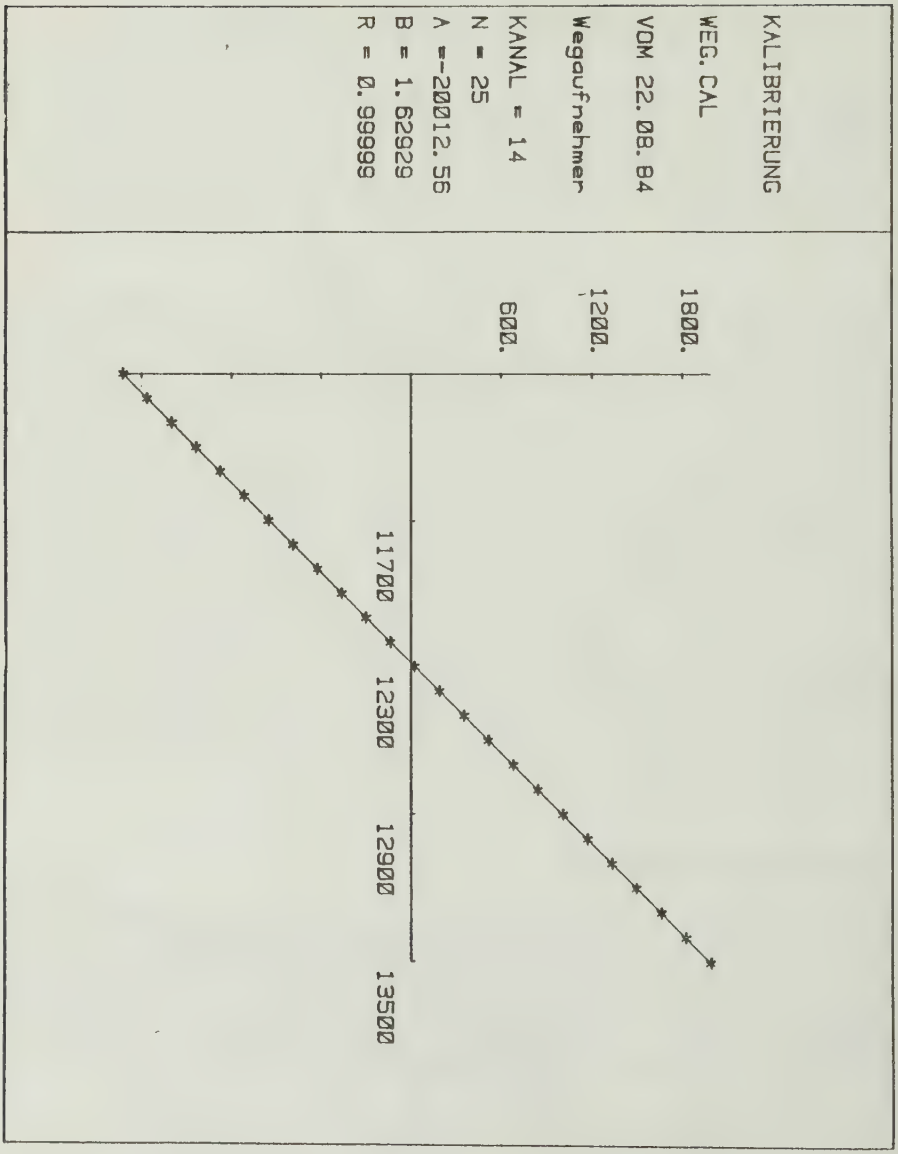


Abb. 5.8: Kalibrierung des Wegtasters

Der Übertrager wurde auf der Drehachse befestigt und zusätzlich gegen Verkantung an seinem oberen Ende abgestützt. Wegen der Verstaubungsgefahr wurde die Hohlwelle mit Dichtmasse vergossen.

5.6 Analog-Digital-Wandler

Als Analog-Digital-Wandler wurde ein AD363 (8) verwendet. Er besteht aus einem 16-Kanal-Analogmultiplexer mit variabler Verstärkung, einem Sample-and-Hold-Verstärker und einem schnellen 12-Bit-Analog-Digital-Wandler. Alle Funktionen sind vom Rechner aus steuerbar. Die gewählte Verstärkung betrug stets eins, die Wandelrate 30 kHz.

Die Auflösung von 4096 Schritten entsprechend 12 Bit ergab ein Wandlerrauschen, das in der Größenordnung des Rauschens der übrigen Meßkette stand. Da die Eingangssignale auf Frequenzen kleiner 10 kHz beschränkt waren, ist das Shannon'sche Abtasttheorem erfüllt (58), außerdem wird Aliasing mit der Abtastfrequenz vermieden, ein Phänomen, bei dem Mischprodukte aus der Abtastfrequenz und dem Meßsignal gebildet werden, deren Amplitude der des Meßsignals entspricht. Sie überlagern das Meßsignal und führen zu Verfälschungen des am Ende der Meßkette zur Verfügung stehenden Signals.

5.7 Datenerfassung

Die digitalen Daten würden in einem Prozeßrechner PDP 11-34 a (9) aufgenommen und konnten dort sofort verarbeitet oder auf Magnetplatte dauerhaft gespeichert werden. Die Datenerfassung erfolgte unter Programmkontrolle, wobei Meßzeitpunkt, gewünschter Kanal und Verstärkung gewählt werden konnten. Die Daten fielen als Integer-Zahlen an und wurden üblicherweise als Quadruplet zusammengehöriger Informationen über Ober- und Unterstempeldruck sowie Stempelabstand und Zeit abgespeichert.

5 Meßanordnung

Das verwendete Meßprogramm findet sich mit zugehörigem Assembler-Unterprogramm im Anhang. Die Messungen erfolgten unter einem Multi-user-Betriebssystem mit der höchsten verfügbaren Software-Priorität, so daß die Messungen praktisch unterbrechungsfrei erfolgten. Lediglich von der Elektronik des Rechners hervorgerufene Interrupts der höchsten Priorität konnten die Messungen für kurze Momente (maximal zwei Millisekunden) unterbrechen.

Als Ausgabegeräte standen Graphikbildschirm, Plotter und Drucker zur Verfügung.

6 Materialien und Methoden

6.1 Preßmaterialien

Für die Untersuchungen wurden vier Modellsubstanzen ausgewählt, die sich in ihrem viskoelastischen Verhalten stark unterscheiden. Alle Materialien wurden ohne weitere Verarbeitung, wie z. B. Granulierung oder Mischung, verpreßt:

- Borsäure: kristallin, Korngröße 350 - 700 µm
  Preßverhalten: praktisch keine Relaxation

- Acetylsalicylsäure: direktverpreßbare grobkristalline Form (10)
  Preßverhalten: schwach relaxierend

- Lactose: Tablettose (11) (sprühgetrocknete α-Lactose) zur Direktverpressung
  Preßverhalten: mittelstark relaxierend

- Starch 1500: physikalisch modifizierte, direkt verpreßbare Maisstärke (12)
  Preßverhalten: stark relaxierend

6.2 Schmier- und Formentrennmittel

Als Schmier- und Formentrennmittel wurde eine Lösung von 2 g Stearinsäure in einem Gemisch aus 50 ml Aceton und 50 ml Tetrachlormethan verwendet, mit dem die Matrize vor jeder fünften Pressung geschmiert wurde. Vor den eigentlichen Messungen erfolgte eine Pressung mit Tablettiergut, um überschüssige Stearinsäure zu entfernen. Die Schmierwirkung an einer so vorbereiteten Matrize hält für ungefähr 10 Pressungen an (60).

6.3 Versuchsplan

In einem Vorversuch wurde abgeklärt, daß keine erkennbaren Unterschiede zwischen kontinuierlichem Pressen mit Füllung durch den Füllschuh und Einzelpressungen mit Handeinfüllung bestehen.

Um die Materialeigenschaften gut voneinander unterscheiden zu können, wurden im Hauptversuch stets Tabletten von 500 $\pm$ 1 mg hergestellt. Dazu wurden mit einem speziell hergestellten Wägeschiffchen die entsprechende Menge Tablettiergut auf einer Digitalwaage (Cahn Electrobalance DTL Modell 7550 (13) abgewogen, von Hand in die Matrize eingefüllt und durch Rückwägung festgestellt, ob das Gewicht der eingefüllten Menge den vorgegebenen Toleranzen entsprach. Da durch das Abblasen von der Matrize die Tabletten oft beschädigt wurden, konnte das Gewicht der so gewonnenen Tabletten nicht immer bestimmt werden.

Alle Substanzen wurden bei allen drei mit der Maschine einstellbaren Geschwindigkeiten (10, 20 und 30 U/min) und verschiedenen Druckniveaus (ca. 18, 12, 9 und 6 kN) verpreßt. Der minimale Preßdruck wurde auf ca. ein Drittel des maximalen Preßdrucks festgelegt, um eine ausreichende Auflösung der gewonnenen Daten zu gewährleisten. Bei Borsäure konnte der maximale Preßdruck (18 kN) nicht erreicht werden, da bereits vorher der Meßbereich des Wegaufnehmers bei der vorgegebenen Einstellung verlassen wurde.

Die Erfassung der Daten wurde jeweils bei einem Drucksignal von 150 Digit (= ca. 0,9 kN) am Oberstempel begonnen und bei einem Absinken des Signals auf unter 50 Digit beendet. Dadurch wurde nur der für die Auswertung interessante Teil der Kurve aufgezeichnet. Durch dreifaches Abfragen der Startbedingung vor der Messung konnte verhindert werden, daß starke Störspannungsspitzen, die z. B. durch die hohen Anlaufströme des Motors in den Meßleitungen induziert werden können, die Messung starten.

7 Methoden der Auswertung

7.1 Allgemeines

Das viskoelastische Verhalten des Preßgutes wird vollständig durch die Standardform der konstitutiven Gleichung beschrieben:

$$K + p_1\dot{K} + p_2\ddot{K} + \ldots = q_0W + q_1\dot{W} + q_2\ddot{W} + \ldots \qquad \text{Gl. 7.1}$$

K = Kraft
W = Stempelabstand (Weg)
p_n, q_n = Modell-Hybridkonstanten

Diese Gleichung entspricht Gl. 3.21, nur wurden hier statt der Spannung σ die Kraft K und statt der Deformation ϵ der Stempelabstand W eingesetzt.

Wie aus Gl. 7.1 ersichtlich, benötigt man zur Bestimmung der Modellkonstanten die Ableitungen von Kraft und Weg gegen die Zeit. Diese Information ist in den Originaldaten implizit mit enthalten, doch kann sie nicht aus den Meßdaten direkt gewonnen werden, da diese mit Rauschen überlagert sind. Bei Errechnung der Ableitung durch den Diffenenzenquotienten aus den Originaldaten geht das Rauschen in die Ableitung voll mit ein, wobei die eigentliche Signaländerung z. T. erheblich kleiner sein kann als die durch Rauschen vorgetäuschte Änderung.

Deshalb mußten die Meßdaten durch eine mathematische Funktion beschrieben werden, die das Rauschen eliminiert und sich möglichst leicht ableiten läßt. Schierstedt (25,26) und Caspar (32-34) verwendeten eine Polynomregression zur Beschreibung von Weg-Zeit- und Kraft-Zeit-Kurven, Caspar zog die daraus gewonnenen Polynome zur weiteren Berechnung viskoelastischer Modellkonstanten heran.

7.2 Polynomregression (61-66)

Die Polynomregression erfolgte über die "Methode der kleinsten Fehlerquadrate". Bei diesem Verfahren muß der Polynomgrad vorher festgelegt werden; dadurch reduziert sich die nichtlineare Regression auf eine mehrfache lineare Regression, bei der die einzelnen "unabhängigen" Variablen nicht voneinander unabhängig, sondern Potenzen der Zeit sind. "Unabhängige" bedeutet hier also nur, daß es sich um eine Veränderliche handelt, deren Einfluß auf die "abhängige" Variable zu untersuchen ist.

Die Durchführung solcher Regressionsverfahren findet sich ausführlich z. B. in (61,62,64,65) beschrieben. Das hierfür verwendete Unterprogramm findet sich im Anhang. Dabei wird aus den Originaldaten eine Multiplikatorenmatrix erstellt, die die Koeffizienten eines linearen Gleichungssystems enthält. Dieses Gleichungssystem wird durch den Gauß-Jordan-Algorithmus gelöst; die nun bestimmten "Unbekannten" stellen die Parameter der Polynomregression dar.

In der Auswertung kamen Polynome sechsten Grades zur Anwendung, da bei höheren Polynomgraden das beim Gauß-Jordan-Algorithmus zur Elimination benötigte Pivot-Element so klein wurde, daß die Signifikanz der Koeffizienten der niedrigen Potenzen nicht mehr gewährleistet war. Dadurch ergaben sich bei zu hohen Polynomgraden stark schwankende Ableitungen des Polynoms, die sich nicht aus der Geometrie der Verformungsprozesse erklären ließen.

Gleiche Ergebnisse lieferte das Gauß-Banachiewicz-Verfahren zur Lösung der Multiplikatorenmatrix. Dieses Rechenschema arbeitet damit, daß immer genau mit den Zahlen bei der Elimination gearbeitet wird, die danach nicht mehr gebraucht werden und somit überschrieben werden können (66). Dadurch ist das Verfahren sehr schnell und speicherplatzeffektiv.

Der Versuch der Parameterschätzung mit Hilfe der Simplex-Methode nach Nelder und Mead (67,68) ergab schlechtere Anpassungen bei stark erhöhtem Rechenaufwand.

7.3 Modellanpassung (61,62)

Gl. 7.1 läßt sich leicht umformen:

$$K = q_0W + q_1\dot{W} + q_2\ddot{W} + \ldots + q_m\overset{m\cdot}{W} - p_1\dot{K} - p_2\ddot{K} - \ldots - p_n\overset{n\cdot}{K} \qquad \text{Gl. 7.2}$$

Die Berechnung der Modellkonstanten erfolgte ähnlich wie die Polynomanpassung durch multiple lineare Regression mit Erstellung eines Systems linearer Gleichungen bei Minimierung der Summe der Fehlerquadrate. Die unabhängigen Variablen sind hier der Weg mit seinen Ableitungen sowie die Ableitungen der Kraft gegen die Zeit.

Dies sei am Beispiel von vier Modellparametern aufgezeigt:

$$K = q_0W + q_1\dot{W} + q_2\ddot{W} - p_1\dot{K} \qquad \text{Gl. 7.3}$$

Für die Regression gilt:

$$\sum (K_{gefunden} - K_{berechnet})^2 = \text{Minimum} \qquad \text{Gl. 7.4}$$

Nach Einsetzen von Gl. 7.3 für $K_{berechnet}$ folgt:

$$\sum (K_{gefunden} - q_0W - q_1\dot{W} - q_2\ddot{W} + p_1\dot{K})^2 = \text{Minimum} \qquad \text{Gl. 7.5}$$

Diese Bedingung ist erfüllt, wenn die Ableitungen nach den einzelnen Variablen gleich null sind. Nach Ableiten und Umformung ergibt sich folgendes Gleichungssystem:

$$q_0 \Sigma W\, W + q_1 \Sigma W\, \dot{W} - p_1 \Sigma W\, \dot{K} + q_2 \Sigma W\, \ddot{W} = \Sigma K\, W \qquad \text{Gl. 7.6 a}$$

$$q_0 \Sigma \dot{W}\, W + q_1 \Sigma \dot{W}\, \dot{W} - p_1 \Sigma \dot{W}\, \dot{K} + q_2 \Sigma \dot{W}\, \ddot{W} = \Sigma K\, \dot{W} \qquad \text{Gl. 7.6 b}$$

$$q_0 \Sigma \dot{K}\, W + q_1 \Sigma \dot{K}\, \dot{W} - p_1 \Sigma \dot{K}\, \dot{K} + q_2 \Sigma \dot{K}\, \ddot{W} = \Sigma K\, \dot{K} \qquad \text{Gl. 7.6 c}$$

$$q_0 \Sigma \ddot{W}\, W + q_1 \Sigma \ddot{W}\, \dot{W} - p_1 \Sigma \ddot{W}\, \dot{K} + q_2 \Sigma \ddot{W}\, \ddot{W} = \Sigma K\, \ddot{W} \qquad \text{Gl. 7.6 d}$$

Die zur Erstellung dieses Gleichungssystems benötigten Ableitungen von Kraft und Weg werden aus den Polynomen berechnet und gehen als Pseudo-Meßwerte in die Regression mit ein.

Die Auflösung des Gleichungssystems erfolgt wieder durch den Gauß-Jordan-Algorithmus. Die gefundenen Koeffizienten sind die Parameter der Standardform der konstitutiven Gleichung.

Ein Beispielprogramm zum Anpassen von Kurventeilstücken findet sich im Anhang A.2. Durch entsprechende Modifikationen läßt es sich auch zur Anpassung des gesamten Kurvenverlaufs oder zur gemeinsamen Modellregression mehrerer Kurven verwenden. Im letzten Fall muß die Programmschleife, die mit dem Generieren eines neuen Dateinamens beginnt und mit der Berechnung der Standardabweichung endet, schon nach dem Einsetzen der Daten in die Koeffizientenmatrix beendet werden. Die Lösung der Matrix darf erst erfolgen, nachdem die Daten aus allen Dateien eingelesen sind.

Der Zeitaufwand für die Berechnung der Polynome und die Durchführung der multiplen linearen Regression zur Anpassung der viskoelastischen Modelle ist im Vergleich zur eigentlichen Messung groß, so daß diese Rechnungen nicht zwischen den einzelnen Messungen während des Betriebs des Rundläufers erfolgen können. Die Berechnung der Konstanten aus den Meßwerten kann abhängig von deren Anzahl und dem gewählten Modell auch bei Verwendung eines die Rechengeschwindigkeit erhöhenden Arithmetik-Coprozessors bis zu mehreren Minuten benötigen.

8 Ergebnisse und Diskussion

8.1 Zur Auswertung gelangte Messungen

In den nachfolgenden Betrachtungen wurden die Unterstempelkraft (wegen der gegenüber dem Oberstempel konstruktionsbedingt geringeren Anfälligkeit gegen Störungen durch Querbelastungen) und der Weg zur Auswertung der Messung verwendet, wobei die Bezeichnung Weg synonym für den Abstand der Stempel und nicht für die Position eines Stempels zu einem Bezugspunkt des Gehäuses verwendet wird. Sie deckt sich somit mit dem in der englischsprachigen Literatur über Viskoelastizität oft verwendeten Begriff "displacement".

Tabelle 8.1 gibt eine Übersicht über die zur Auswertung herangezogenen Messungen. Dabei bedeuten die Abkürzungen:

Wegm. = Wegmaximum
WegS. = Wegsignal bei Beginn der Messung
WegE. = Wegsignal beim Ende der Messung
DWMS. = Differenz zwischen Wegmaximum und Weg beim Start der Messung
DWME. = Differenz zwischen Wegmaximum und Weg beim Ende der Messung
DWSE. = Differenz der Wege beim Start und beim Ende der Messung

Ergibt die Rückrechnung bei den Differenzen nicht den Ausgangswert, so entstammt die Differenz dem Rundungsfehler, der zwangsläufig bei der Wandlung der rechnerinternen Abspeicherung in die dezimale Darstellung entsteht. Die Abbildungen 8.1 bis 8.6 zeigen einige der zugehörigen Kraft-Zeit- und Weg-Zeit-Diagramme.

Auffällig ist hierbei die im Vergleich zur Exzenterpresse (32) lange Zeit, während der sich das Wegsignal nur sehr wenig ändert. Dabei ist die unter Druck erfolgte Wegänderung bei Starch 1500

Tabelle 8.1 a: Zur Auswertung herangezogene Messungen

Kraft kN	Zeit msec	Werte	Wegm. um	WegS. um	DWMS. um	WegE. um	DWME. um	DWSE. um
Starch 1500, 30 U/min:								
18,0	149	1025	2463	846	1568	2261	148	1483
12,4	143	962	2327	835	1493	2192	136	1357
9,8	139	909	2199	839	1360	2077	122	1238
6,4	132	890	1921	859	1061	1818	102	959
Starch 1500, 20 U/min:								
19,0	243	1360	2430	50	2380	2275	155	2224
12,0	228	1244	2251	303	1949	2125	126	1823
9,5	222	1489	2102	272	1829	1975	127	1702
6,7	215	1462	1849	249	1600	1733	116	1484
Starch 1500, 10 U/min:								
18,5	453	3116	2488	863	1625	2346	142	1483
12,2	435	2896	2332	848	1484	2205	127	1357
9,1	420	2881	2184	858	1326	2066	118	1208
6,9	405	2708	1994	846	1149	1888	106	1043
Tablettose, 30 U/min:								
18,7	142	945	2285	1101	1185	2182	104	1081
12,8	135	901	2132	1072	1059	2050	81	978
9,3	130	870	2008	1079	929	1938	70	859
6,3	124	846	1847	1072	774	1796	51	724
Tablettose, 20 U/min:								
18,2	215	1477	2235	1075	1160	2133	102	1058
12,2	204	1396	2087	1082	1005	2007	80	925
9,0	197	1304	1955	1063	892	1886	69	823
6,0	188	1259	1823	1082	740	1771	52	689
Tablettose, 10 U/min:								
18,4	427	2844	2287	1123	1164	2183	104	1060
12,8	410	2746	2162	1123	1039	2077	85	954
9,1	391	2605	2017	1117	900	1951	65	835
6,1	374	2479	1858	1111	747	1807	51	696

Tabelle 8.1 b: Zur Auswertung herangezogene Tabletten
Erläuterungen der Abkürzungen siehe Text

Kraft kN	Zeit msec	Werte	Wegm. um	WegS. um	DWMS. um	WegE. um	DWME. um	DWSE. um
Acetylsalicylsäure, 30 U/min:								
18,2	129	892	2335	1811	524	2223	112	412
12,2	123	840	2273	1792	481	2193	80	401
9,0	119	796	2240	1805	435	2178	62	374
6,3	114	758	2184	1789	396	2140	44	351
Acetylsalicylsäure, 20 U/min:								
17,4	198	1319	2283	1743	540	2171	112	428
12,4	189	1258	2259	1781	478	2178	81	397
9,4	183	1219	2213	1761	451	2145	68	383
6,6	176	1182	2168	1758	410	2119	49	361
Acetylsalicylsäure, 10 U/min:								
17,9	392	2605	2327	1811	516	2219	108	408
12,2	374	2506	2273	1805	468	2190	83	386
9,0	360	2393	2240	1811	429	2173	67	362
6,0	345	2316	2173	1805	369	2125	48	320
Borsäure, 30 U/min:								
12,6	120	804	2520	2192	328	2442	78	250
9,3	115	794	2489	2193	296	2425	64	232
6,7	111	739	2452	2183	269	2404	48	221
Borsäure, 20 U/min:								
12,7	183	1225	2521	2182	339	2437	84	255
9,4	176	1185	2483	2182	301	2427	55	245
6,2	168	1121	2447	2183	264	2401	46	218
Borsäure, 10 U/min:								
12,2	364	2414	2520	2190	329	2437	83	247
9,5	351	2348	2496	2193	303	2435	60	243
6,3	336	2232	2464	2200	264	2420	44	219

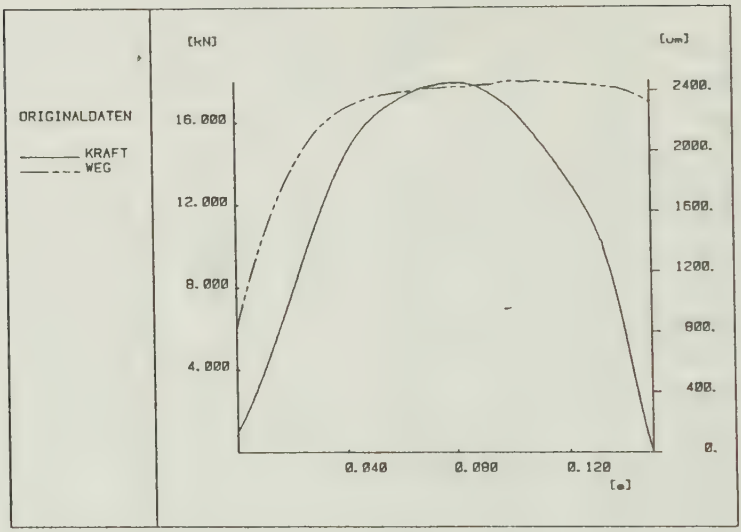


Abb. 8.1: Preßkurve von Starch 1500 bei 30 U/min

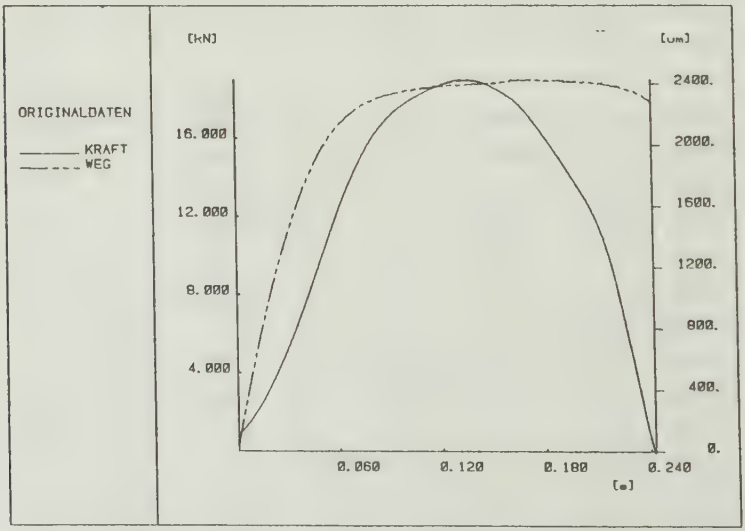


Abb. 8.2: Preßkurven von Starch 1500 bei 20 U/min

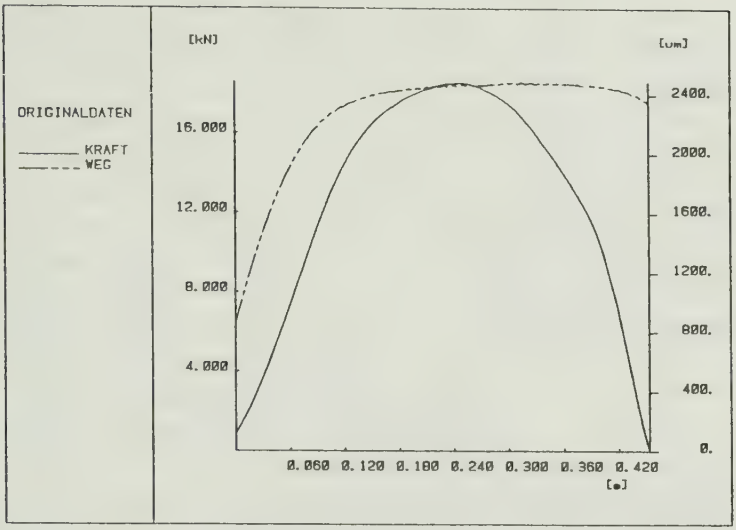


Abb. 8.3: Preßkurve von Starch 1500 bei 10 U/min

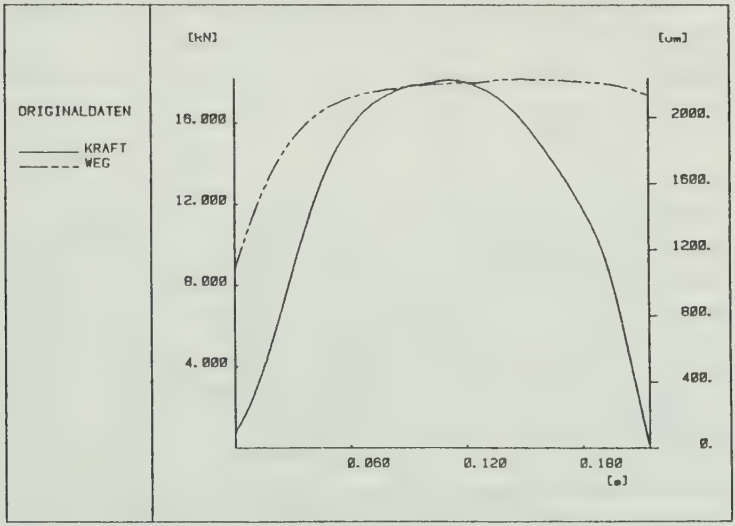


Abb. 8.4: Preßkurve von Tablettose bei 20 U/min

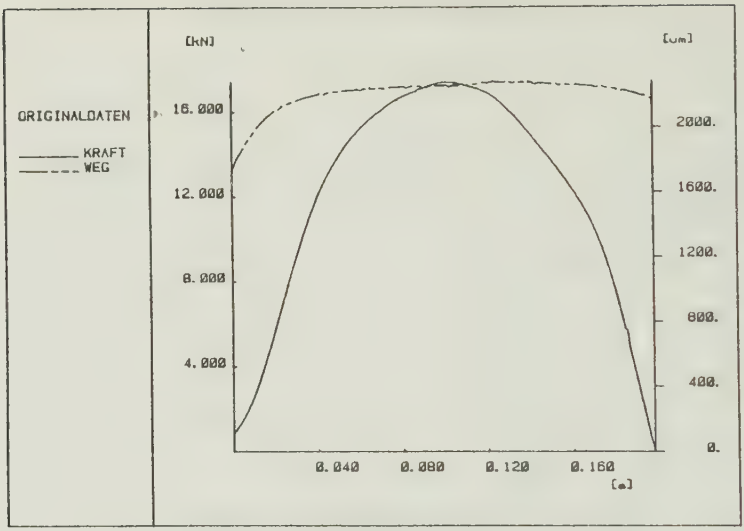


Abb. 8.5: Preßkurve von Acetylsalicylsäure bei 20 U/min

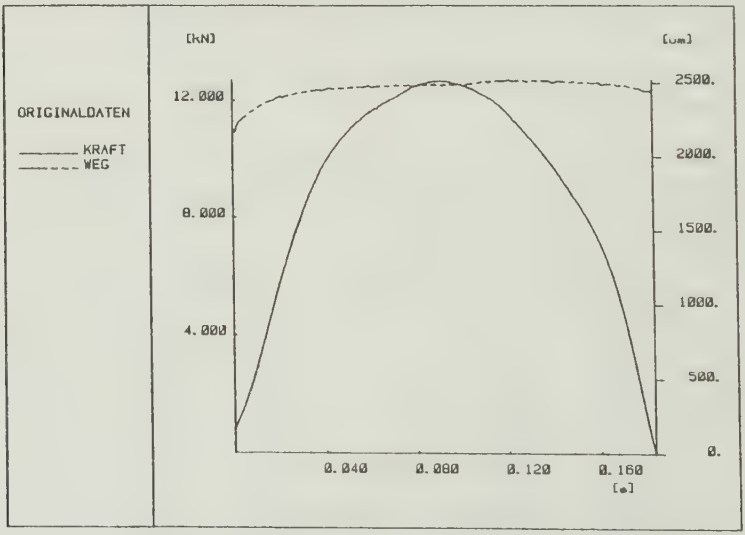


Abb. 8.6: Preßkurve von Borsäure bei 20 U/min

und Tablettose noch relativ groß verglichen mit Acetylsalicylsäure und Borsäure. Dies bedeutet, daß sich bei den erstgenannten Substanzen der Druck langsamer aufbaut, was man als Hinweis darauf deuten kann, daß hier Mechanismen vorliegen, die ein Nachgeben durch Deformation zulassen. Die große Differenz zwischen den Wegsignalen bei Start und Ende der Messung zeigt eindeutig, daß es sich bei den kraftabbauenden Vorgängen nicht um eine rein elastische Verformung handeln kann, sondern daß zeitabhängige Vorgänge beteiligt sind; dennoch muß in der Verformung eine elastische Komponente enthalten sein, da nach dem Wegmaximum eine Rückdehnung beobachtet werden kann.

8.2 Anpassung des gesamten Kurvenverlaufs

Da sowohl die prä- wie auch die postkompressive Phase der Tablettenpressung den gleichen physikalischen Gesetzmäßigkeiten folgen müssen, wurde versucht, den gesamten Kurvenverlauf durch ein viskoelastisches 4-Parameter-Solid-Modell gemäß Gleichnug 7.3 zu beschreiben. Wie aus Abbildung 8.7 zu ersehen ist, folgt die Anpassung nur sehr ungenau dem ursprünglichen Kraftverlauf. Dabei wurden Kraft und Weg jeweils durch Polynome sechsten Grades ersetzt und aus diesen das Modell nach der in Kapitel 7 beschriebenen Art bestimmt.

Es ist offensichtlich, daß die Ungenauigkeiten der Anpassung nicht in der Polynomanpassung begründet sind, sondern sich aus einer mangelnden Flexibilität des gewählten Modells ergeben. Dies wird auch aus Abbildung 8.8 deutlich, die beispielhaft an der gleichen Messung zeigt, welchen Anteil das Produkt aus Parameter und zugehöriger Ableitung der Kraft beziehungsweise des Wegs an der Rekonstruktion des Kraftverlaufs durch das Modell hat.

Bessere Ergebnisse ließen sich mit einem 6-Parameter-Modell erzielen, wie aus den Abbildungen 8.9 bis 8.11 ersichtlich. Die erreichten Standardabweichungen waren geringer als die Streuungen

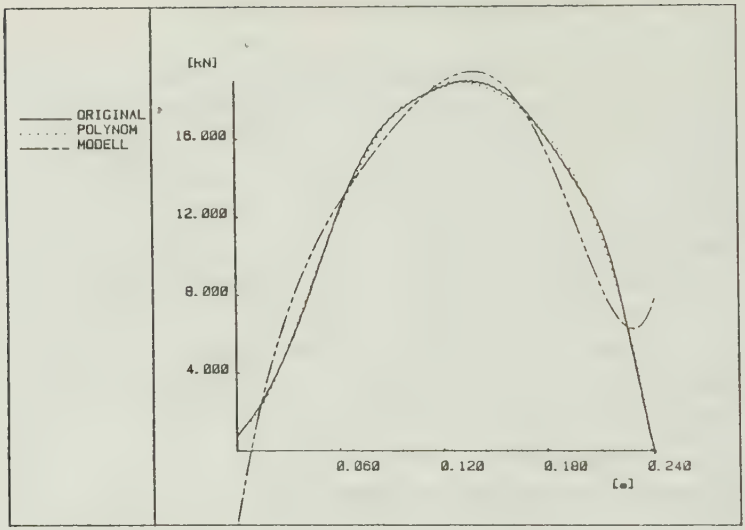


Abb. 8.7: Anpassung von Starch 1500, 20 U/min, Preßkraftmaximum 19 kN, durch ein 4-Parameter-Solid

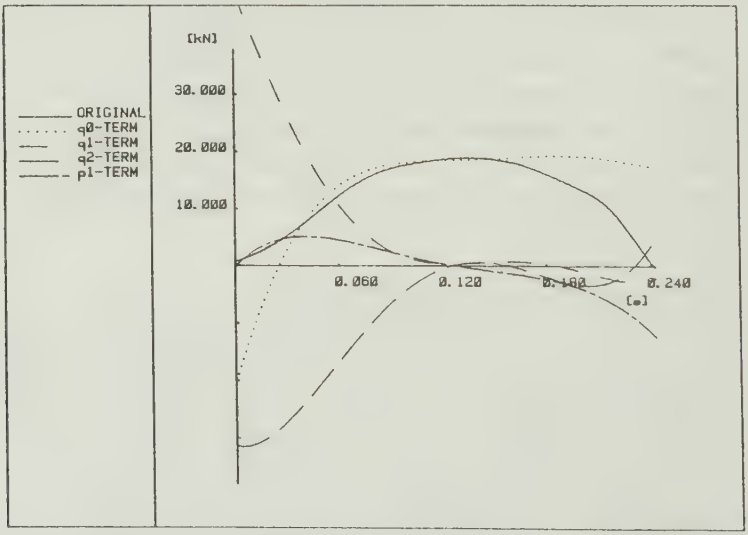


Abb. 8.8: Einfluß der verschiedenen Terme auf die Rekonstruktion der Anpassungskurve aus Abb. 8.7

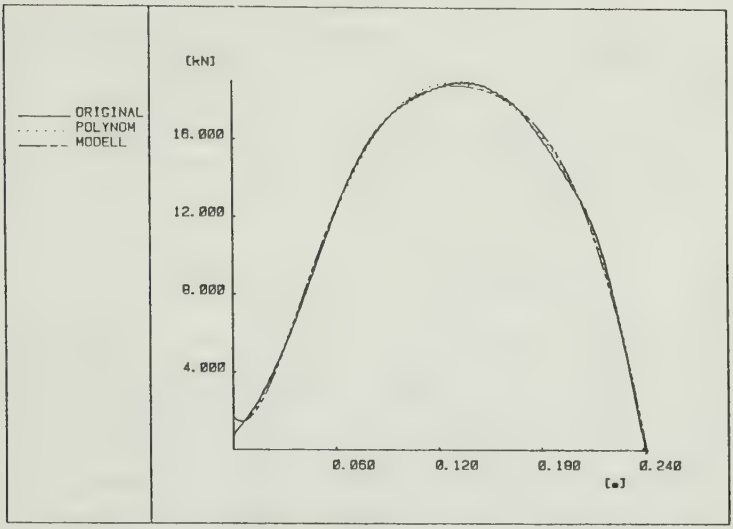


Abb. 8.9: Anpassung von Starch 1500, 20 U/min, Preßkraftmaximum 19 kN, durch ein 6-Parameter-Solid

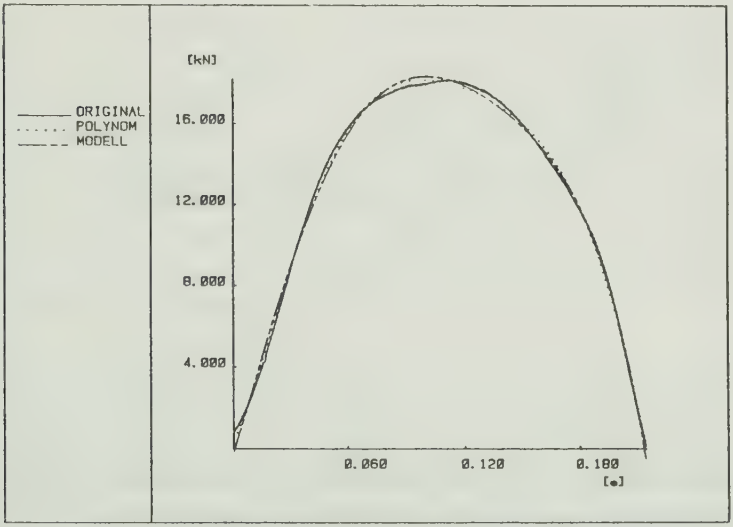


Abb. 8.10: Anpassung von Tablettose, 20 U/min, Preßkraftmaximum 18,2 kN, durch ein 6-Parameter-Solid

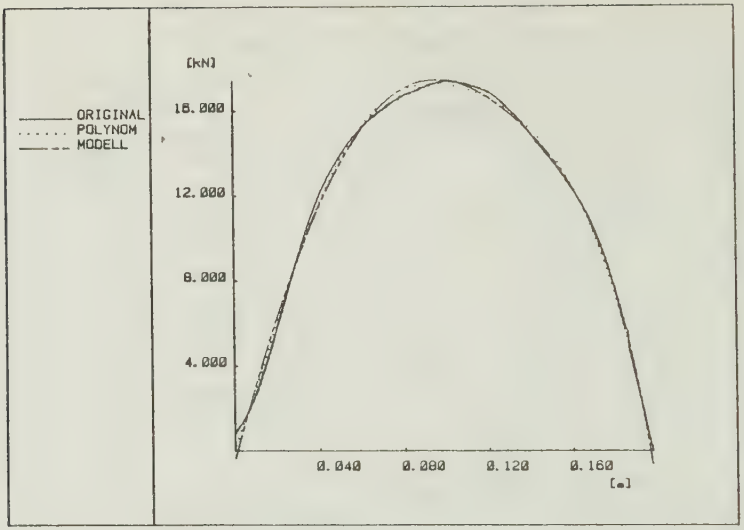


Abb. 8.11: Anpassung von Acetylsalicylsäure, 20 U/min, Preßkraftmaximum 17,4 kN, durch ein 6-Parameter-Solid

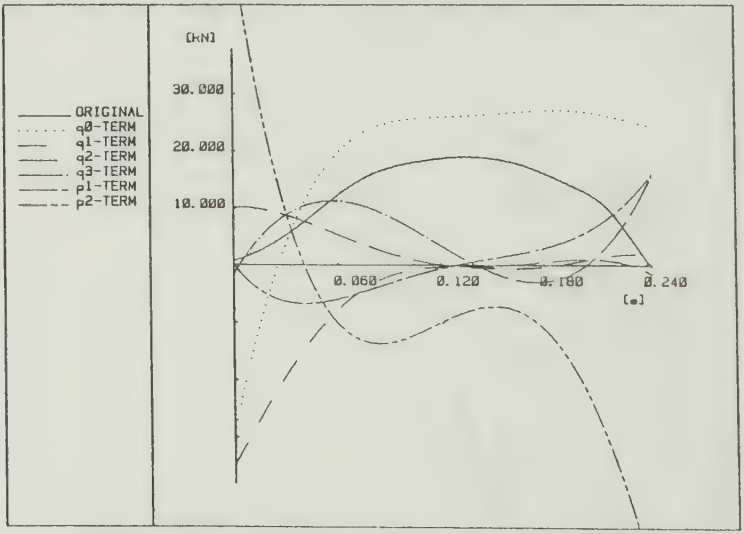


Abb. 8.12: Anteil der einzelnen Terme auf die Rekonstruktion der Anpassungskurve aus Abbildung 8.9

zwischen den Originaldaten mehrerer Messungen der gleichen Substanz bei gleicher Geschwindigkeits- und Druckeinstellung. Dies ist in der größeren Flexibilität der Anpassung begründet, da sich die Gesamtkurve aus aus einer höheren Anzahl an Einzeltermen als beim 4-Parameter-Modell ergibt, die alle an der Rekonstruktion beteiligt sind:

$$K = q_0 W + q_1 \dot{W} + q_2 \ddot{W} + q_3 \dddot{W} - p_1 \dot{K} - p_2 \ddot{K} \qquad \text{Gl. 8.1}$$

Dennoch muß die Anpassung als unbefriedigend betrachtet werden, da charakteristische Merkmale der Kurve verloren gehen. So fallen zum Beispiel die Preßdruckmaxima der Originalkurven nicht mit denen der rekonstruierten Kurven zusammen. Auch hier zeigt sich, daß einzelne Parameter besonders stark zur Rekonstruktion der Kurve beitragen (Abbildung 8.12).

8.3 Anpassung von Teilkurven

Um die Übereinstimmung der berechneten Kurve mit den Meßdaten zu erhöhen, wurde die Berechnung der Modellparameter nur über Teilbereiche der Kurve durchgeführt. Dazu wurde die Regression begonnen, wenn der Preßdruck 90 % des Druckmaximums erreicht hatte, und beendet, wenn der Druck auf 20 % des Maximums abgesunken war. Um die Polynomregression im Anfangs- und Endbereich der Anpassung möglichst stabil zu halten, wurde die Polynomregression mit einem Vorlauf begonnen und erst ein Stück nach dem Ende des durch das Modell angepaßten Bereichs beendet.

Die Abbildungen 8.13 bis 8.16 zeigen so durch ein 4-Parameter-Modell angeglichene Kurven. Auch hier wird die mangelhafte Übereinstimmung des 4-Parameter-Modells mit der Originalkurve deutlich. Dies gilt besonders für Starch, das ja am stärksten Viskoelastizität zeigt, während bei Tablettose, Acetylsalicylsäure und Borsäure - abgesehen von der starken Abweichung im Anfangsbereich der Anpassung - eine schon recht gute Annäherung an den Original

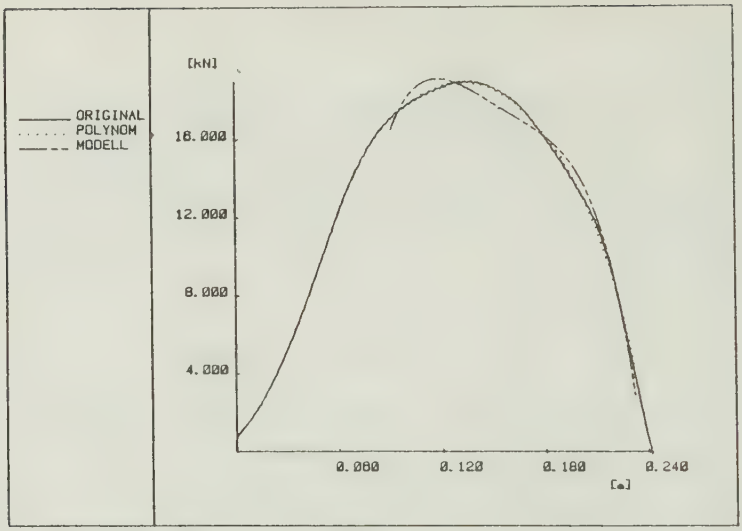


Abb. 8.13: Anpassung eines Kurventeilstücks von Starch 1500, 20 U/min, Preßkraftmaximum 19 kN, durch ein 4-Parameter-Solid

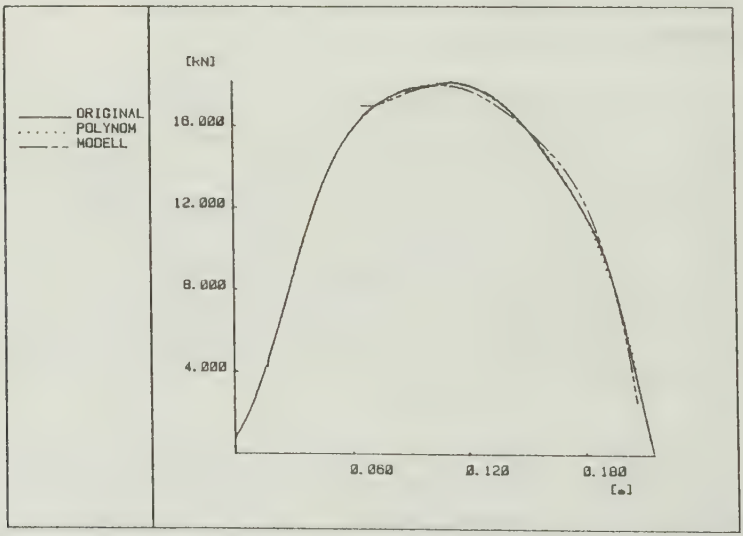


Abb. 8.14: Anpassung eines Kurventeilstücks von Tablettose, 20 U/min, Preßkraftmaximum 18,2 kN, durch ein 4-Parameter-Solid

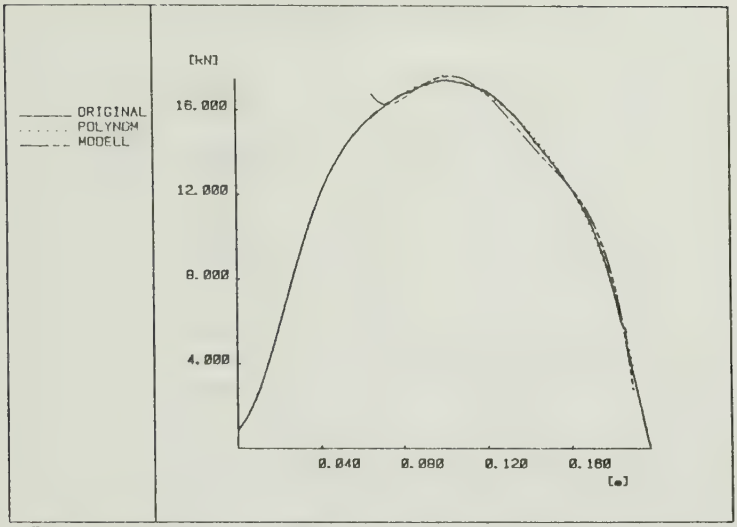


Abb. 8.15: Anpassung eines Kurventeilstücks von Acetylsalicylsäure, 20 U/min, Preßkraftmaximum 17,4 kN, durch ein 4-Parameter-Solid

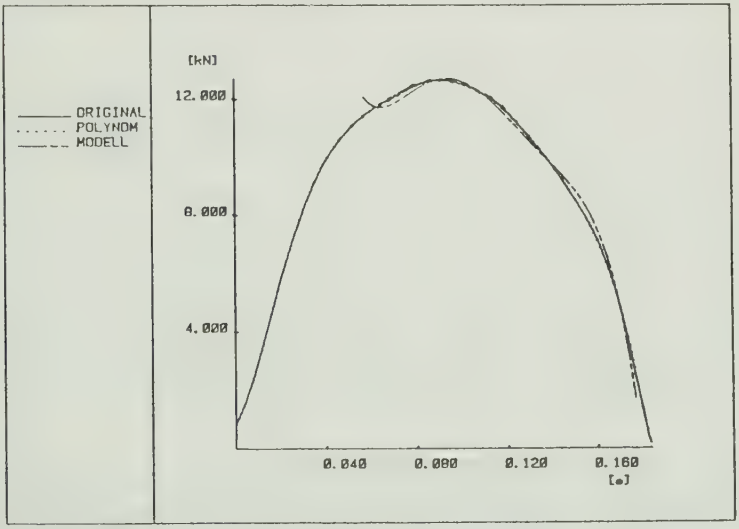


Abb. 8.16: Anpassung eines Kurventeilstücks von Borsäure, 20 U/min, Preßkraftmaximum 12,7 kN, durch ein 4-Parameter-Solid

verlauf feststellbar ist. Auch die Maxima der Kurve werden besser wiedergegeben als bei der Anpassung der Gesamtkurve.

Die Genauigkeit läßt sich auch hier durch Erhöhung der Parameteranzahl leicht verbessern. So zeigen Modelle mit 6 Parametern eine fast exakte Übereinstimmung mit dem gemessenen Kurvenverlauf. Die Abbildungen 8.17 bis 8.20 zeigen, daß auch die Charakteristika der Kurven nicht mehr verfälscht werden. Tabelle 8.2 enthält eine Zusammenstellung der gefundenen Modellparameter. Eine Erhöhung der Parameterzahl auf acht oder mehr war nicht sinnvoll, da aufgrund der beschränkten Rechengenauigkeit und der Einschränkung im darstellbaren Zahlenbereich eine Steigerung der Parameter bei der Polynomanpassung nicht möglich war und das Modell bereits mit sechs Parametern dem Kurvenverlauf des Polynoms fast exakt folgt. Außerdem besteht eine Beziehung zwischen Polynomgrad und maximal definierter Anzahl an Modellparametern, die bewirkt, daß eine Erhöhung der Parameterzahl keine Steigerung der Genauigkeit mehr bewirkt.

8.4 Anpassung mehrerer Kurven in einer gemeinsamen Regression

Nach Flügge (40) beschreibt die konstitutive Gleichung ein viskoelastisches Materialverhalten. Dieses muß unabhängig von den gewählten Preßbedingungen sein. Daraus folgt zwangsläufig, daß die gefundenen Modellparameter auch zur Beschreibung von Preßkurven der gleichen Substanz geeignet sein müssen, anhand derer sie nicht bestimmt wurden. Wie Tabelle 8.2 zeigt, bestehen aber große Unterschiede zwischen den Konstanten der unterschiedlichen Messungen der gleichen Substanz. Deshalb wurde versucht, mehrere Messungen der gleichen Substanz bei unterschiedlichen Bedingungen in einer gemeinsamen Modellanpassung zur Berechnung eines gemeinsamen Parametersatzes heranzuziehen.

Dazu wurden für jede Einzelkurve die Polynome bestimmt und aus den so gewonnenen geglätteten Werten und Pseudomeßwerten (die

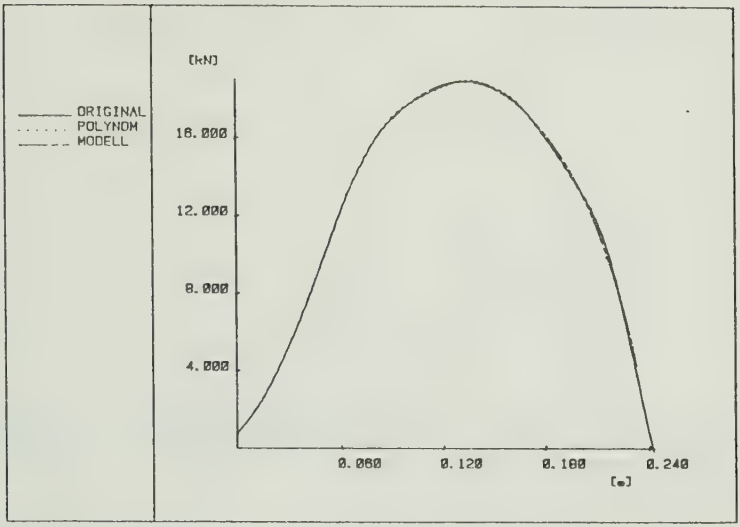


Abb. 8.17: Anpassung eines Kurventeilstücks von Starch 1500, 20 U/min, Preßkraftmaximum 19 kN, durch ein 6-Parameter-Solid

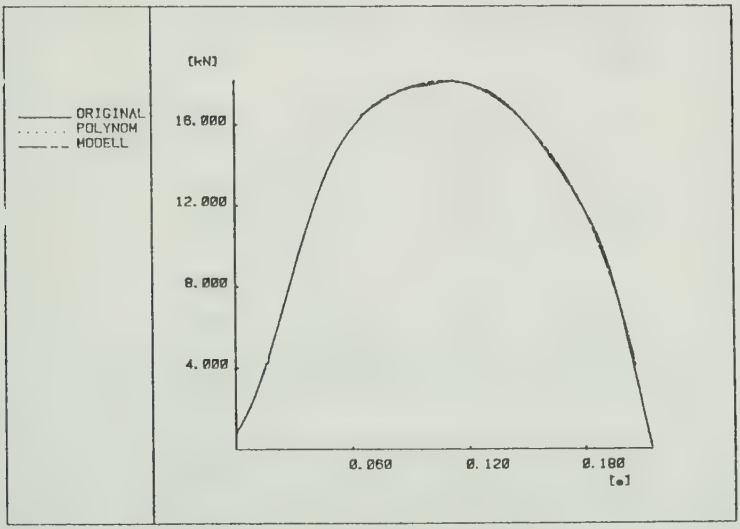


Abb. 8.18: Anpassung eines Kurventeilstücks von Tablettose, 20 U/min, Preßkraftmaximum 18,2 kN, durch ein 6-Parameter-Solid

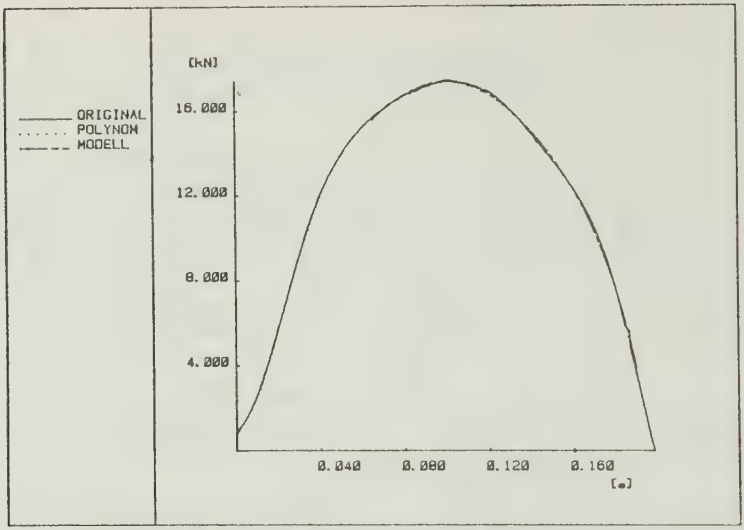


Abb. 8.19: Anpassung eines Kurventeilstücks von Acetylsalicylsäure, 20 U/min, Preßkraftmaximum 17,4 kN, durch ein 6-Parameter-Solid

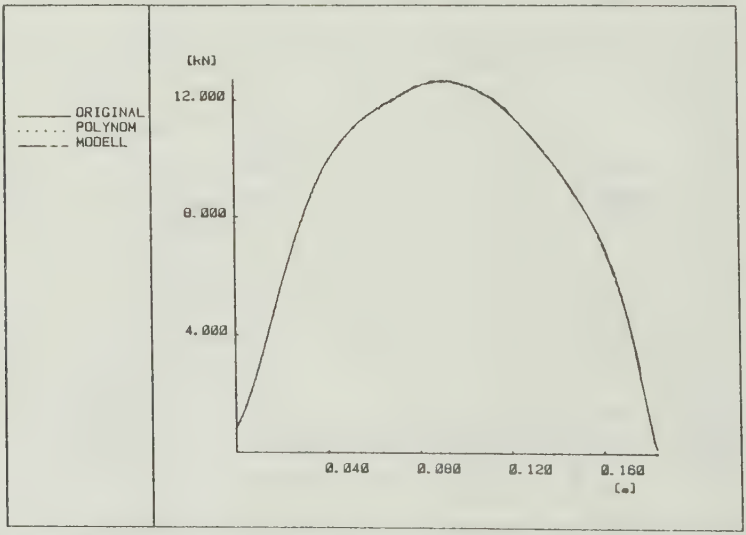


Abb. 8.20: Anpassung eines Kurventeilstücks von Borsäure, 20 U/min, Preßkraftmaximum 12,7 kN, durch ein 6-Parameter-Solid

Tabelle 8.2 a: Modellkonstanten für ein 6-Parameter-Solid

Kraft kN	q_0 kN/um	q_1 kN s/um	q_2 kN s^2/um	q_3 kN s^3/um	p_1 s	p_2 s^2
Starch 1500, 30 U/min:						
18,0	0,170E-1	-0,932E-4	-0,106E-4	-0,158E-6	-0,231E-1	-0,389E-3
12,4	0,141E-1	-0,475E-3	-0,100E-4	0,144E-6	0,406E-2	-0,102E-2
9,8	0,119E-1	-0,359E-3	-0,890E-5	0,984E-7	-0,408E-3	-0,891E-3
6,4	0,915E-2	-0,156E-3	-0,762E-5	0,797E-7	0,137E-1	-0,899E-3
Starch 1500, 20 U/min:						
19,0	0,215E-1	-0,395E-3	-0,687E-4	-0,137E-5	-0,413E-1	-0,249E-2
12,0	0,106E-1	0,400E-3	0,665E-4	0,881E-6	0,105E-2	0,157E-2
9,5	0,658E-2	0,172E-2	0,723E-4	0,823E-6	0,569E-1	0,159E-2
6,7	0,981E-2	0,349E-3	0,213E-4	0,353E-6	0,745E-3	0,391E-3
Starch 1500, 10 U/min:						
18,5	0,225E-1	-0,394E-3	-0,436E-3	-0,158E-4	-0,561E-1	-0,170E-1
12,2	0,912E-2	0,172E-2	0,326E-3	0,750E-5	0,271E-1	0,728E-2
9,1	0,880E-2	0,557E-3	0,173E-3	0,433E-5	0,102E-3	0,450E-2
6,9	0,880E-2	-0,115E-3	0,685E-4	0,277E-5	-0,146E-1	0,141E-2
Tablettose, 30 U/min:						
18,7	-0,185E-1	0,200E-1	0,388E-3	0,279E-5	0,300E0	0,253E-2
12,8	0,802E-2	0,357E-2	0,427E-4	0,265E-6	0,555E-1	0,878E-4
9,3	0,106E-1	0,981E-3	0,150E-4	0,949E-7	0,981E-2	0,330E-4
6,3	0,103E-1	0,314E-3	0,632E-5	0,618E-7	-0,349E-2	-0,341E-4
Tablettose, 20 U/min:						
18,2	0,106E-1	0,698E-2	0,258E-3	0,265E-5	0,814E-1	0,201E-2
12,2	0,124E-1	0,209E-2	0,649E-4	0,614E-6	0,187E-1	0,407E-3
9,0	0,118E-1	0,116E-2	0,313E-4	0,311E-6	0,579E-2	0,837E-4
6,0	0,967E-2	0,766E-3	0,202E-4	0,245E-6	0,256E-2	-0,259E-4
Tablettose, 10 U/min:						
18,4	0,842E-2	0,179E-1	0,118E-2	0,230E-4	0,214E0	0,875E-2
12,8	0,125E-1	0,370E-2	0,231E-3	0,412E-5	0,245E-1	0,131E-2
9,1	0,105E-1	0,281E-2	0,138E-3	0,260E-5	0,221E-1	0,402E-3
6,1	0,955E-2	0,114E-2	0,632E-4	0,183E-5	-0,650E-2	-0,349E-3

Tabelle 8.2 b: Modellkonstanten für ein 6-Parameter-Solid

Kraft kN	q_0 kN/um	q_1 kN s/um	q_2 kN s^2/um	q_3 kN s^3/um	p_1 s	p_2 s^2
Acetylsalicylsäure, 30 U/min:						
18,2	0,184E-1	0,118E-3	-0,381E-5	-0,884E-7	-0,119E-1	-0,279E-3
12,2	0,135E-1	-0,553E-3	-0,158E-4	-0,115E-6	-0,243E-1	0,284E-3
9,0	0,218E-2	0,546E-2	0,611E-4	0,425E-6	0,947E-1	0,283E-3
6,3	0,217E-2	0,344E-2	0,336E-4	0,226E-6	0,761E-1	0,146E-3
Acetylsalicylsäure, 20 U/min:						
17,4	0,185E-1	0,230E-3	-0,121E-4	-0,409E-6	-0,216E-1	-0,608E-3
12,4	0,152E-1	-0,120E-2	-0,541E-4	-0,661E-6	-0,495E-1	-0,949E-3
9,4	0,136E-1	-0,337E-2	-0,787E-4	-0,837E-6	-0,983E-1	-0,872E-3
6,6	-0,439E-3	0,818E-2	0,121E-3	0,127E-5	0,182E0	0,671E-3
Acetylsalicylsäure, 10 U/min:						
17,9	0,189E-1	-0,365E-3	-0,160E-3	-0,568E-5	-0,567E-1	-0,364E-2
12,2	0,154E-1	-0,583E-2	-0,356E-3	-0,789E-5	-0,157E0	-0,404E-2
9,0	0,279E-2	0,150E-1	0,520E-3	0,980E-5	0,260E0	0,387E-2
6,0	0,563E-2	0,235E-2	0,666E-4	0,110E-5	0,180E-1	0,499E-5
Borsäure, 30 U/min:						
12,6	0,111E-1	-0,262E-3	-0,113E-4	-0,115E-6	-0,249E-1	-0,201E-3
9,3	0,960E-2	-0,969E-3	-0,175E-4	-0,133E-6	-0,436E-1	-0,229E-3
6,7	0,425E-2	0,124E-2	0,110E-4	0,715E-7	0,159E-1	-0,155E-4
Borsäure, 20 U/min:						
12,7	0,115E-1	-0,701E-3	-0,351E-4	-0,529E-6	-0,481E-1	-0,461E-3
9,4	0,452E-2	0,389E-2	0,805E-4	0,858E-6	0,721E-1	0,130E-3
6,2	0,430E-2	0,119E-2	0,176E-4	0,152E-6	0,663E-2	0,949E-5
Borsäure, 10 U/min:						
12,2	0,653E-2	0,650E-2	0,360E-3	0,775E-5	0,899E-1	0,286E-2
9,5	0,678E-2	0,272E-2	0,919E-4	0,131E-5	0,446E-2	0,342E-3
6,3	0,480E-2	0,147E-2	0,447E-4	0,522E-6	-0,140E-1	-0,172E-3

Ableitungen gehen als Pseudomeßwerte in die Regression mit ein und werden aus den Polynomen berechnet) die Koeffizientenmatrix der multiplen linearen Regression gemäß Kapitel 7, wobei die Matrix gemeinsam aus allen beteiligten Kurven gebildet wurde. Anschließend wurde die Matrix wie bei den Anpassungen der Einzelkurven durch den Gauß-Jordan-Algorithmus gelöst.

Wie die Abbildungen 8.21 bis 8.23 zeigen, läßt die Güte der Anpassung bei diesem gemeinsamen Regressionsverfahren bei verschiedenen Preßbedingungen nach. Die Übereinstimmung mit den Originalkurven ist auch dann schlechter als die Anpassung durch ein 4-Parameter-Modell über eine einzelne Gesamtkurve, wenn die Berechnung mit einem 6-Parameter-Modell und nur über Kurventeilstücke erfolgte.

8.5 Diskussion der Ergebnisse

Der gesamte Preßverlauf bei der Tablettenpressung läßt sich nicht mit einem einzigen viskoelastischen Modell darstellen. Dies ergibt sich zwangsläufig aus der Tatsache, daß die Tablettenpressung weder einem Solid noch einem Fluid entspricht. Bei einem Fluid müßte die Tablette schon bei unendlich kleinen Kräften bis ins Unendliche deformierbar sein, bei einem Solid müßte sich die Tablette nach Entlastung wieder in ihre ursprüngliche Form zurückdehnen.

Deshalb kann nur ein Teil des gesamten Kompressionsverlaufs mit viskoelastischen Modellen beschrieben werden. Wegen der oben genannten Gründe, die ein Fluid ausschließen, können nur Modelle verwendet werden, die ein Solid beschreiben.

Da nicht der ganze Kurvenverlauf beschreibbar ist, müssen neben den viskoelastischen Vorgängen noch ardere Mechanismen an der Verformung während der Kompression beteiligt sein. Nimmt man an, daß es sich hierbei um plastisches Fließen mit einer Fließgrenze

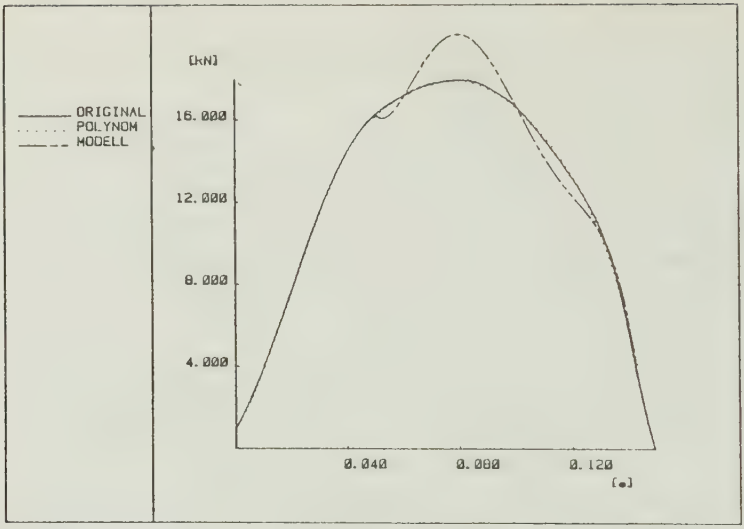


Abb. 8.21: Anpassung von Starch 1500, 30 U/min, Preßkraftmaximum 18 kN, durch ein 6-Parameter-Solid bei Regression über mehrere Kurven mit unterschiedlicher Preßgeschwindigkeit

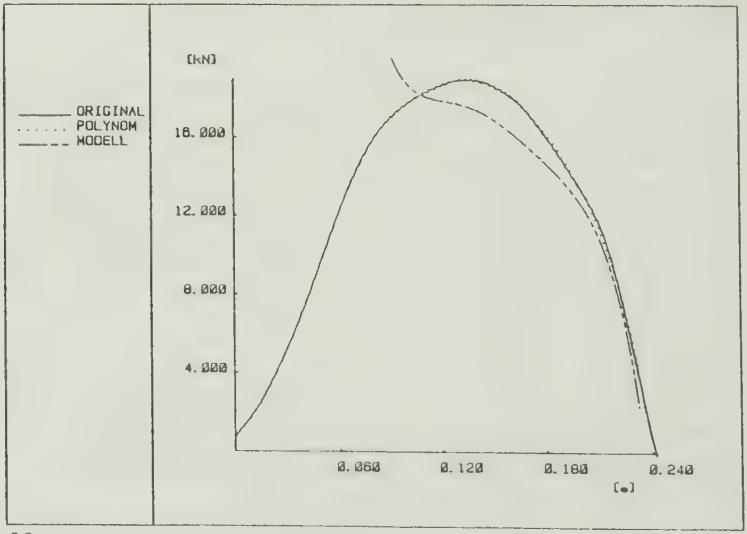


Abb. 8.22: Anpassung von Starch 1500, 20 U/min, Preßkraftmaximum 19 kN, durch ein 6-Parameter-Solid bei Regression über mehrere Kurven mit unterschiedlicher Preßgeschwindigkeit

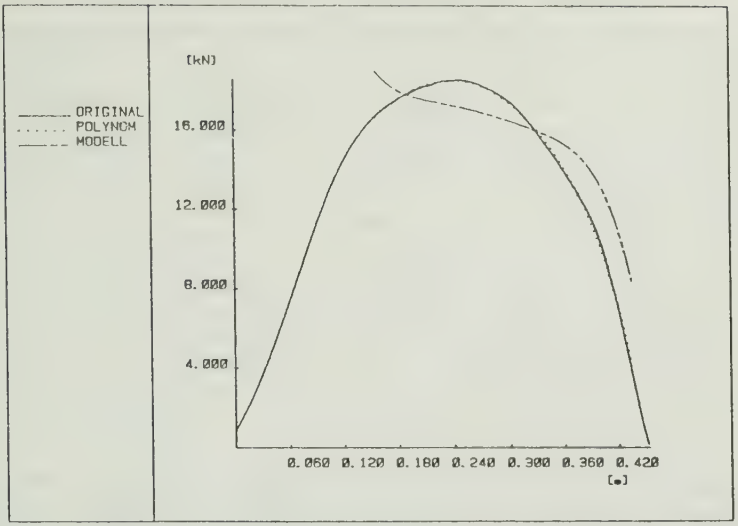


Abb. 8.23: Anpassung von Starch 1500, 10 U/min, Preßkraftmaximum 18,5 kN, durch ein 6-Parameter-Solid bei Regression über mehrere Kurven mit unterschiedlicher Preßgeschwindigkeit

Tabelle 8.3: Standardabweichungen der Anpassungen einiger Messungen in Abhängigkeit vom Modell und dem Regressionsbereich

Substanz	U/min	Kraft	Standardabweichung bei			
			Gesamtkurve		Kurventeilstück	
			4 Param.	6 Param.	4 Param.	6 Param.
		kN	kN	kN	kN	kN
Starch	30	18,0	0,9635	0,1860	0,5057	0,1344
Starch	20	19,0	1,6886	0,2427	0,5373	0,1562
Starch	10	18,5	0,8723	0,1864	0,4847	0,1331
Tablettose	20	18,2	0,6085	0,2888	0,3362	0,1043
Acetylsal.	20	17,4	0,6390	0,2989	0,3068	0,1143
Borsäure	20	12,7	0,2634	0,1709	0,2180	0,0554

handelt, so ist eine Bestimmung des viskoelastischen Verhaltens nur im terminalen Teil der Kurve zulässig, in dem ja die Verformungsprozesse weitgehend abgeschlossen sind. Dieser Überlegung wird in den vorliegenden Untersuchungen dadurch Rechnung getragen, daß die Anpassung bei der Beschreibung von Kurventeilstücken nur im Bereich des Druckmaximums und im abfallenden Kurventeil vorgenommen wurde.

Die gute Übereinstimmung der Polynome und der Modellanpassung ergibt sich aus der mathematischen Struktur der Modellanpassung. Die Standardform der konstitutiven Gleichung ist bei unserer Darstellung der Meßwerte formal ein Polynom, das sich von den zur Berechnung der Abweichungen verwendeten nur dadurch unterscheidet, daß seine einzelnen Terme nicht definitionsgemäß aus Potenzen der unabhängigen Variablen, sondern aus Ableitungen der Kraft und des Wegs nach der Zeit bestehen. Andererseits hat jede dieser Ableitungen wiederum den Charakter eines Potenzpolynoms, so daß die durch Einsetzen der Gleichungen für die Ableitungen gewonnene Gesamtgleichung ein System orthogonaler Polynome darstellt. Da alle daran beteiligten Polynome die gleichen Potenzen der unabhängigen Variablen enthalten, kann man die einzelnen Terme gleicher Potenz zusammenfassen und erhält wieder ein einziges Polynom des selben Grades wie das Ausgangspolynom.

Rein theoretisch müßte dieses Polynom bei unendlicher Rechengenauigkeit die gleichen Koeffizienten besitzen wie das Polynom, das zur Berechnung der Ableitungen benutzt wurde. In diesem sind also die Parameter des viskoelastischen Modells implizit mit enthalten, sie lassen sich aber nicht auf mathematischem Weg direkt ausrechnen, da man nur eine Gleichung, aber eine der Parameteranzahl entsprechende Anzahl Unbekannter hat. Deshalb muß der Umweg über die in Kapitel 7 beschriebene Regressionsrechnung gemacht werden, der aufgrund der beschränkten Rechengenauigkeit bei numerischer Lösung mittels digitaler Rechenanlage immer mit Fehlern behaftet sein wird.

Daraus ergibt sich auch, daß, je höher der Grad und damit die Genauigkeit der Regression des zur Berechnung der Ableitungen verwendeten Polynoms ist, um so genauer auch die Anpassung der Modellparameter ist. Somit kann mit dem Modell keine genauere Anpassung erreicht werden als mit den zur Berechnung der Ableitungen herangezogenen Potenzpolynomen. Dies gilt im übrigen auch für alle anderen eventuell zur Berechnung der Ableitungen heranziehbaren Regressionsverfahren, bei denen die Summation von Einzeltermen vorliegt, die beim Ableiten ineinander übergehen, wie zum Beispiel bei der Fourier-Analyse. Alle diese Verfahren haben zusätzlich aber noch den Nachteil erhöhten Rechenaufwands für gleiche Genauigkeit.

Auch die Anzahl der Modellparameter hat Einfluß auf die Übereinstimmung zwischen dem Ausgangspolynom und dem Polynom, das sich aus den Ableitungen und den Modellkonstanten rückrechnen läßt. Die Rückrechnung hat dann eine eindeutige mathematische Lösung, wenn nur eine Potenz der unabhängigen Variablen vorkommt, deren Koeffizient keinen Summenterm darstellt. Jeder andere Koeffizient muß eine Summe aus Einzeltermen sein, wobei die Anzahl der Summanden der Differenz aus Anzahl der Parameter des Ausgangspotenzpolynoms (der Kraft) minus dem Potenzgrad des Terms sein muß. Diese Bedingung ist erfüllt, wenn die Anzahl der Parameter des Modells der Anzahl der Parameter des Potenzpolynoms entspricht. Ist die Anzahl der Modellparameter größer, so gibt es mehrere gleichwertige Lösungen, die keine Steigerung der Genauigkeit gegenüber gleicher Anzahl Parameter darstellen, da ja auch hier nur das ursprüngliche Polynom rekonstruiert wird. Ist die Anzahl jedoch kleiner, so gibt es keine definierte Lösung mehr, das System wird unterbestimmt und läßt sich nur noch durch Regression anpassen. Dabei werden stets Abweichungen vorkommen, die um so größer sind, je kleiner die Anzahl der Modellparameter ist, dennoch kann eine kleinere Zahl Modellparameter sehr gute Schätzungen zulassen, wie die gefundenen Anpassungen zeigen.

Die Rückrechenbarkeit der Ausgangspolynome bedeutet aber nicht, daß zwangsläufig aus anderen Preßverläufen auch andere Modellkonstanten folgen müssen, obwohl eine Änderung des Preßverlaufs andere Originalpolynome für Kraft und Weg bewirkt. Hierbei ändern sich aber auch stets deren Ableitungen, so daß die Summen, die sich aus den Produkten der Modellparameter und der Terme der Ableitungen ergeben, dennoch die Ausgangspolynome der Kurve, aus der sie berechnet wurden, rekonstruieren können. Es ist also möglich, daß verschiedene Preßverläufe zwar durch verschiedene Polynome beschrieben werden, aber dennoch die gleichen Modellparameter besitzen.

Die mangelhafte Übereinstimmung der Anpassung bei der Regression über mehrere Kurven bei unterschiedlichen Preßbedingungen könnte durch die Tatsache begründet sein, daß Viskoelastizität nicht die Eigenschaft eines Materials ist, das mit dem Tablettiergut vor dem Verpressen identisch ist, sondern ein Material mit geänderten Eigenschaften beschreibt. So könnte eine Tablette bei unterschiedlichen Preßgeschwindigkeiten trotz gleichem Maximaldruck stets ein Material mit anderen viskoelastischen Eigenschaften darstellen. Dies äußert sich auch in dem bei jeder Pressung unterschiedlichen Wegsignal beim Wegmaximum und beim Ende der Pressung, was bedeutet, daß die Tablette stets ein anderes Volumen eingenommen hat und damit eine andere Porosität besitzt.

Eine Bestätigung dieser Vermutung wäre, wenn sich mehrere Tabletten gleicher Preßkraft und gleicher Porosität bei gleicher Preßgeschwindigkeit gut durch eine gemeinsame Regression anpassen ließen.

Abbildung 8.24 zeigt eine solche Regression über fünf Tabletten des gleichen Druckniveaus, Abbildung 8.25 zeigt die getrennten Anpassungen an die gleichen Kurven. Die zugehörigen Konstanten finden sich in Tabelle 8.4. Es zeigt sich, daß die gemeinsame Regression auch hier stark abweichende Ergebnisse liefert, obwohl

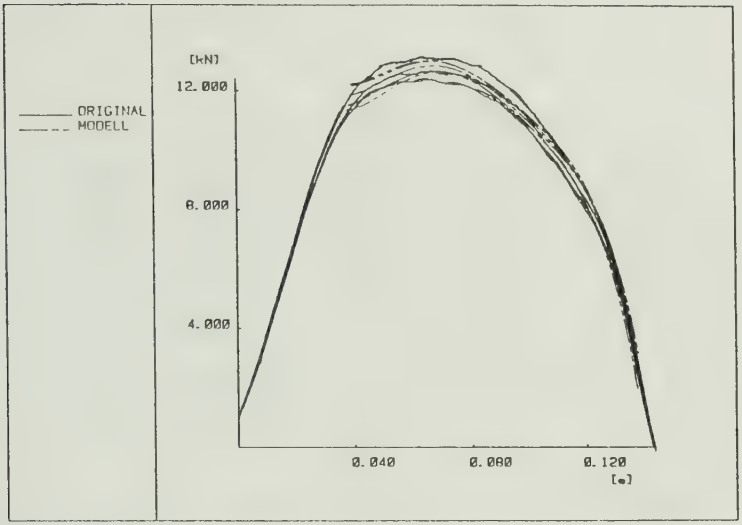


Abb. 8.24: Gemeinsame Anpassung mehrerer Kurven von Starch 1500

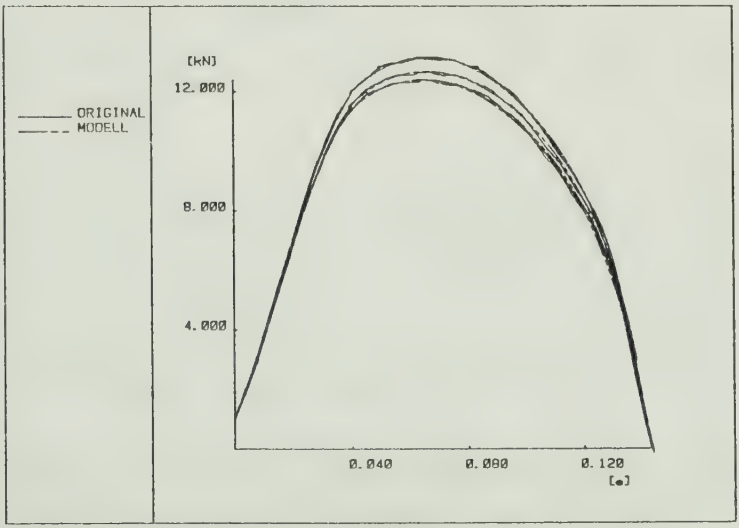


Abb. 8.25: Anpassung der Einzelkurven aus Abbildung 8.24

Tabelle 8.4: Konstanten der Kurven aus Abbildung 8.24 und 8.25

Kraft kN	q_0 kN/um	q_1 kN s/um	q_2 kN s^2/um	q_3 kN s^3/um	p_1 s	p_2 s^2
12,4	0,105E-1	0,525E-3	0,209E-4	0,173E-6	0,394E-2	0,302E-3
12,4	0,967E-2	0,729E-3	0,272E-4	0,215E-6	0,109E-1	0,461E-3
12,7	0,922E-2	0,105E-2	0,311E-4	0,239E-6	0,188E-1	0,444E-3
13,2	0,911E-2	0,113E-2	0,365E-4	0,273E-6	0,207E-1	0,594E-3
13,2	0,876E-2	0,116E-2	0,397E-4	0,299E-6	0,225E-1	0,686E-2
$\bar{x}$	0,944E-2	0,918E-3	0,311E-4	0,240E-6	0,154E-1	0,498E-3
s	0,584E-3	0,249E-3	0,669E-5	0,439E-7	0,695E-2	0,132E-3
s_{rel} %	6,2	27,2	45,3	21,5	26,6	18,3
Gemeinsame Anpassung:						
	0,108E-1	0,561E-3	0,194E-4	0,114E-6	-0,417E-2	0,358E-3

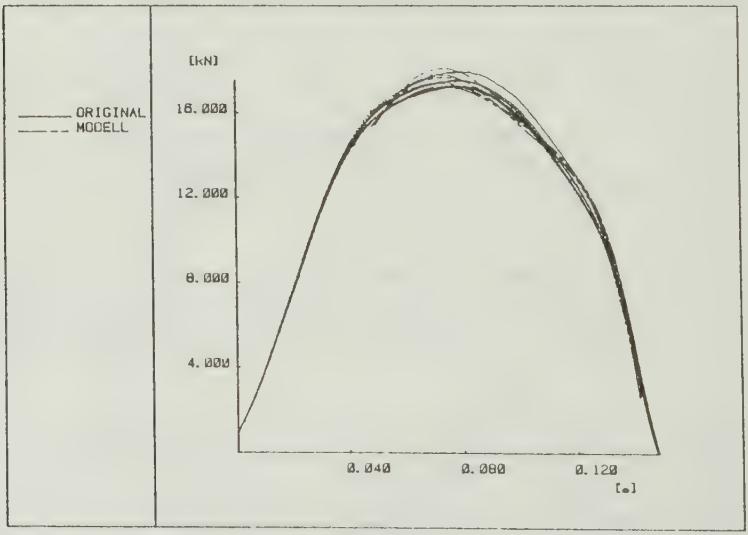


Abb. 8.26: Gemeinsame Anpassung mehrerer Kurven von Starch 1500, deren Parameter aus der Einzelregression sich stark unterscheiden

Tabelle 8.5: Konstanten der Kurven aus Abbildung 8.26

Kraft kN	q_0 kN/um	q_1 kN s/um	q_2 kN s^2/um	q_3 kN s^3/um	p_1 s	p_2 s^2
17,6	-0,390E-2	0,272E-2	0,147E-3	0,140E-6	0,775E-1	0,372E-2
17,3	0,347E-1	-0,309E-2	-0,150E-3	-0,157E-5	-0,125E0	-0,372E-2
17,3	0,187E-1	-0,101E-2	-0,353E-4	-0,421E-6	-0,524E-1	-0,592E-3
17,7	0,186E-1	-0,367E-3	-0,247E-4	-0,257E-6	-0,281E-1	-0,829E-3
18,0	0,170E-1	-0,932E-4	-0,106E-4	-0,158E-6	-0,231E-1	-0,238E-2
$\bar{x}$	0,170E-1	-0,367E-3	-0,147E-4	-0,201E-6	-0,302E-1	-0,364E-3
s	0,123E-1	0,187E-2	0,948E-4	0,948E-6	0,650E-1	0,238E-2
s_{rel} %	72,2	509,0	647,0	472,0	215,2	653,4
Gemeinsame Anpassung:						
	0,147E-1	0,570E-3	0,334E-5	-0,764E-7	-0,158E-1	-0,199E-4

die Preßverläufe annähernd gleich und die gefundenen Modellkonstanten bei Anpassung der einzelnen Kurven vergleichsweise sehr ähnlich waren.

Besonders auffällig ist, daß die Koeffizienten bei gemeinsamer Regression über mehrere Kurven zum Teil außerhalb des Streubereichs der Koeffizienten liegen, die bei Anpassung der Einzelkurven gewonnen werden. Auch verschlechtert sich die Anpassung bei gemeinsamer Regression nicht wesentlich, wenn man Kurven des gleichen Druckniveaus anpaßt, deren Konstanten aus den Einzelanpassungen besonders stark streuen, wie Abbildung 8.26 zeigt.

Mehrfache Regression über die gleiche Kurve (d.h. mehrfacher Durchlauf durch den Programmteil, der die Matrix für das Modell bildet, mit anschließender gemeinsamer Lösung der Matrix) ergab übrigens mit einer einfachen Regression übereinstimmende Koeffi-

zienten, so daß die Mathematik des Anpassungsverfahrens als korrekt funktionierend betrachtet werden muß.

Dies kann als Hinweis darauf gewertet werden, daß sechs Modellparameter zwar die Einzelkurve ausreichend beschreiben, nicht jedoch das Materialverhalten genau genug wiedergeben. Außerdem ließen sich, obwohl dies nach den Berechnungen von Sutanto (69) theoretisch möglich sein müßte, aus den gefundenen Modellparametern keine Relaxationszeiten bestimmen, da die Lösungen der Bestimmungsgleichungen meist im Komplexen lagen, die Zeiten aber reellen Charakter haben. Der Grund hierfür liegt darin, daß die Hybridkonstanten q_0 bis q_3 und p_1 und p_2 nach der Regression nicht die bei der Aufstellung der konstitutiven Gleichung als Randbedingung eingeführten Ungleichungen erfüllen.

Geht man davon aus, daß die dem viskoelastischen Verhalten der Substanz zugrundeliegenden Modelle nicht nur aus der bei der Anpassung verwendeten Anzahl von Parametern, sondern aus unendlich vielen Parametern bestehen, so ist dieses Verhalten leicht erklärlich. Das Modell hätte ein unendliches Relaxationsspektrum, bei dem die Einzelterme für die langen Zeiten eine immer kleinere Bedeutung für das Gesamtverhalten im Anfangsbereich haben. Die zugehörige konstitutive Gleichung lautet dann:

$$K = q_0 W + q_1 \dot{W} + q_2 \ddot{W} + \ldots + q_m \overset{m\cdot}{W} - p_1 \dot{K} - p_2 \ddot{K} - \ldots - p_n \overset{n\cdot}{K}$$

Gl. 8.2

Der Einfachheit halber sei der Einfluß der Beschränkung auf wenige Parameter bei der Regression an einem 4-Parameter-Modell gezeigt:

$$K = q_0' W + q_1' \dot{W} + q_2' \ddot{W} - p_1' \dot{K}$$

Gl. 8.3

Dann gilt für die Modellparameter:

$$q_0' = q_0 + Q_0 \qquad \text{Gl. 8.4 a}$$
$$q_1' = q_1 + Q_1 \qquad \text{Gl. 8.4 b}$$
$$q_2' = q_2 + Q_2 \qquad \text{Gl. 8.4 c}$$
$$p_1' = p_1 + P_1 \qquad \text{Gl. 8.4 d}$$

wobei Q_0, Q_1, Q_2 und P_1 die Differenzen zwischen den tatsächlichen und den bei der Regression geschätzten Parametern darstellen. Da beide Kräfte (bei idealem Ergebnis der Regression) identisch sein müssen, gilt:

$$q_0' W + q_1' \dot{W} + q_2' \ddot{W} - p_1' \dot{K} = q_0 W + q_1 \dot{W} + q_2 \ddot{W} - p_1 \dot{K} + R(t) \qquad \text{Gl. 8.5 a}$$

mit

$$R(t) = q_3 \dddot{W} + q_4 \overset{4\cdot}{W} + \ldots + q_m \overset{m\cdot}{W} - p_2 \ddot{K} - p_3 \dddot{K} - \ldots - p_n \overset{n\cdot}{K} \qquad \text{Gl. 8.5 b}$$

Durch Umformen erhält man:

$$W (q_0' - q_0) + \dot{W} (q_1' - q_1) + \ddot{W} (q_2' - q_2) - \dot{K} (p_1' - p_1) = R(t) \qquad \text{Gl. 8.6}$$

Nach Einsetzen von Gl. 8.4 a-d in Gleichung 8.6 ergibt sich:

$$W Q_0 + \dot{W} Q_1 + \ddot{W} Q_2 - \dot{K} P_1 = R(t) \qquad \text{GL. 8.7}$$

bzw.:

$$W Q_0 + \dot{W} Q_1 + \ddot{W} Q_2 - \dot{K} P_1 = q_3 \dddot{W} + q_4 \overset{4\cdot}{W} + \ldots + q_m \overset{m\cdot}{W} - p_2 \ddot{K} - p_3 \dddot{K} - \ldots - p_n \overset{n\cdot}{K} \qquad \text{Gl. 8.8}$$

Der rechte Term der Gleichung 8.8 stellt eine Funktion der Zeit und damit der zugehörigen Kraft dar. Da die Gleichung für alle Zeiten und alle Kraftwerte erfüllt sein muß, kann das Restglied R(t), das den rechten Term stellt, nicht durch eine einzelne Konstante dargestellt werden. Das Regressionsverfahren wird den Verlauf des Restgliedsfunktion R(t) so gut wie möglich approximieren. Dabei werden alle Koeffizienten Q_0, Q_1, Q_2 und P_1 des linken Terms der Gleichung so gewählt, daß das so entstandene orthogonale Polynom (W, $\dot{W}$, $\ddot{W}$ und $\dot{K}$ sind ja Potenzpolynome) über alle erfaßten Zeitpunkte einen möglichst kleinen Fehler ergibt.

Dies bedeutet, daß die Koeffizienten, die aus der Regression über eine begrenzte Anzahl Parameter gewonnen werden, nicht mit denen des Modells bei unendlicher Parameterzahl identisch sind. Die starke Streuung der Konstanten besagt, daß die Restglieder, die durch die Begrenzung der Anzahl der Parameter nicht mit bestimmt, sondern durch die Regression bei den dort berücksichtigten Modellparametern ausgeglichen werden, noch einen großen Anteil an der Rekonstruktion der Kraft haben. Dadurch kann bei einer gemeinsamen Regression über mehrere Kurven keine gute gemeinsame Anpassung mehr gefunden werden; dies wäre erst bei einer wesentlich höheren Anzahl Parameter möglich.

Da aufgrund der beschränkten Genauigkeit des zur Verfügung stehenden Rechners eine Steigerung der Parameterzahl bei den Polynomen und den Modellen nicht mehr möglich war, mußte auf derartige Berechnungen und damit die Überprüfung der Vermutung, daß die schlechte Übereinstimmung bei verschiedenen Preßbedingungen durch unterschiedliches Materialverhalten bedingt ist, verzichtet werden.

9 Zusammenfassung

Es wurde eine Methode zur genauen Erfassung von Preßkraft und Stempelabstand bei einer Laborrundläuferpresse Fette PERFECTA P1 entwickelt. Dazu wurde ein Stempelpaar mit Dehnungsmeßstreifen versehen; die Wegmessung erfolgte durch einen Wegtaster nach dem Prinzip des Linearen Variablen Differential Transformators (LVDT). Die über einen Quecksilberschleifringübertrager von der Tablettenpresse geleiteten Analogdaten wurden nach Verstärkung und Wandlung in einem schnellen Analog-Digital-Wandler mit 12 bit Auflösung in einer Rechenanlage gespeichert. Dabei konnten hohe zeitliche Auflösungen von maximal 10000 Meßwertequadruplets pro Sekunde sowie eine hohe Genauigkeit der Meßwerte (Standardabweichung kleiner 0,5 Promill des Maximalwerts) erzielt werden.

Es konnte gezeigt werden, daß der gesamte Preßkraftverlauf von Tablettiergütern nicht mit einem einzigen viskoelastischen Modell dargestellt werden kann, obwohl die erreichten Standardabweichungen recht gut waren. Bei der Anpassung der Modelle gingen die Charakteristika der Kurven, wie zum Beispiel die Lage des Preßkraftmaximums, verloren.

Die Anpassung des terminalen Bereichs der Kurve ab Erreichen von 90 Prozent der maximalen Preßkraft bis zum Kraftabfall auf 20 Prozent der Maximalkraft läßt sich gut durch ein 6-Parameter-Solid-Modell anpassen:

$$K = q_0 W + q_1 \dot{W} + q_2 \ddot{W} + q_3 \dddot{W} - p_1 \dot{K} - p_2 \ddot{K} \qquad \text{Gl. 8.1}$$

Zur Bestimmung der Modellparameter wurden die Originaldaten durch je ein Polynom sechsten Grades für den Weg und die Kraft angepaßt und aus diesem durch multiple lineare Regression die Parameter bestimmt. Dabei besteht ein Zusammenhang zwischen der maximal sinnvollen Anzahl an Modellparametern und dem Polynomgrad.

9 Zusammenfassung

Die gemeinsame Regression über mehrere Tablettenkurven zeigte, daß sich keine für das Tablettiergut spezifischen Konstanten finden lassen, da nach der Regression bei Beschränkung auf eine begrenzte Anzahl Parameter die gewonnenen Konstanten nicht mit den Konstanten eines Modells unendlicher Parameteranzahl identisch sind.

Dies rührt daher, daß der nicht miterfaßte Anteil des Modells noch einen hohen Anteil an der Rekonstruktion der Kraft hat. Das Regressionsverfahren approximiert den gemessenen Kraftverlauf dadurch, daß es die Parameter so variiert, daß die berechnete Kurve möglichst geringe Abweichungen gegenüber der Originalkurve zeigt.

Durch Anwendung statistischer Methoden und durch Steigerung der Rechengenauigkeit sollte es möglich sein, die viskoelastischen Modelle mit einer für die Bestimmung von substanzspezifischen Parametern ausreichenden Anzahl von Konstanten zu berechnen. Die Einbeziehung von Daten, die an anderen Tablettenmaschinen erhalten werden, muß in zukünftigen Arbeiten zeigen, ob und inwieweit die so gewonnenen Kenngrößen auf andere Maschinen übertragbar sind und ob die an einer Presse ermittelten Substanzeigenschaften Vorhersagen über das Preßverhalten auf Maschinen mit anderer Preßcharakteristik erlauben.

Anhang

A.1 Meßprogramme

```
CCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCC
C
C       PROGRAMM M ZUM MESSEN VON OBERSTEMPELKRAFT, UNTERSTEMPELKRAFT
C       WEG UND ZEIT MIT DEM RUNDLAEUFER UEBER DEN ADC2
C
C       AUTOR: JOERG NEUHAUS
C
C       VERS.: 4. FEBR. 1985
C
C
C       VERWENDETE SUBROUTINEN : MSM17
C
C
C       BESONDERE COMPILER-OPTIONEN: KEINE
C       LINKEN:
C       TKB <CR>
C       M/PR:0=M,MSM17 <CR>
C       LB:[1,71]RSX11M.STB/SS <CR>
C       / <CR>
C       COMMON=RELCOM:RW <CR>
C       // <CR>
C
CCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCC

        BYTE FIL(13)
        INTEGER*2 START,END,NMAX,CNT,OWERT(3300),UWERT(3300),
     C  WWERT(3300),TIME(3),ZWERT(3300),OMAX,UMAX,WMAX,I,J,K,L,VERZ
        REAL*4 TIM
CCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCC
C
C       ABFRAGEN DES FILENAMENS UND INITIALISIERUNG
C
CCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCC
        WRITE (5,1)
        VERZ=1                                  ! 1 TIC DER UHR = 0,01 MSEC.
        START=150                               ! MESSANFANG BEI 150 DIGIT
        END=50                                  ! MESSENDE BEI 50 DIGIT
        NMAX=3300                               ! MAXIMAL 3300 QUADRUPLETS
100     DO 101 I=1,3300
                OWERT(I)=0
                UWERT(I)=0
                WWERT(I)=0
                ZWERT(I)=0
101     CONTINUE
        WRITE (5,2)
        READ (5,10) FIL
        CALL CURECT (FIL)                       ! NOTWENDIG FUER RICHTIGES OPEN
CCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCC
C
C       MESSEN
C
CCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCC
```

```
        CALL MSM17 (START,END,NMAX,CNT,OWERT(1),UWERT(1),WWERT(1),
     C  ZWERT(1),OMAX,UMAX,WMAX)
CCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCC
C
C       ABSPEICHERN DER WERTE
C       UNFORMATIERTES ABSPEICHERN SPART MASSENSPEICHERPLATZ UND
C       RECHENZEIT!
C
CCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCC
        CALL IDATE (TIME)                 ! BESTIMMEN DES MESSDATUMS
        TIM = 10000.*TIME(3) + 100.*TIME(1) + TIME(2)
        WRITE (5,3) CNT,OMAX,UMAX,WMAX
        OPEN (UNIT=1,NAME=FIL,TYPE='NEW',ACCESS='SEQUENTIAL',
     C  FORM='UNFORMATTED')
        WRITE (1) TIM
        WRITE (1) CNT,OMAX,UMAX,WMAX,ZWERT(CNT),VERZ
        DO 102 I=1,CNT
                WRITE (1) OWERT(I),UWERT(I),WWERT(I),ZWERT(I)
102     CONTINUE
        CALL CLOSE (1)
CCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCC
C
C       ABFRAGEN, OB WEITER MESSUNG ERWUENSCHT.
C       WENN JA, DANN WEITER MESSEN
C       SONST PROGRAMM BEENDEN
C
CCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCC
        WRITE (5,4)
        READ (5,11) I
        IF (I.EQ.0) GOTO 100
        STOP
CCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCC
C
C       FORMAT-ANWEISUNGEN
C
CCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCC
1       FORMAT (' STARTWERT = 150, ENDWERT = 50 !')
2       FORMAT ('$WELCHER FILENAME FUER DIE MESSDATEN ? ')
3       FORMAT (' GEMESSEN: OMAX = ',I5,' UMAX = ',I5,' WMAX = ',I5,/,
     C  'IN ',I5,' TICS.')
4       FORMAT ('$WEITERE MESSUNG (<CR>,1) ?')
10      FORMAT (13A1)
11      FORMAT (I5)
        END
```

```
;*********************************************************************
;*
;* MACRO-SUBROUTINE ZUM MESSEN MSM17
;*
;* AUTOR: JOERG NEUHAUS
;*
;* VERS. 4. FEBR. 1985
;*
;*
;* SUBROUTINE ZUM EINLESEN VON MESSTRIPLETS MIT ZEITWERTEN UEBER DEN
;* ADC2 MIT UNTERDRUECKUNG DER ERRORTRAPS ZUR ERHOEHUNG DER MESSGE-
;* SCHWINDIGKEIT
;*
;*
;* AUFRUF IN FORTRAN:
;* CALL MSM17(START,END,NMAX,CNT,OWERT(1),UWERT(1),WWERT(1)
;* ,ZWERT(1),OMAX,UMAX,WMAX)
;* START     = SCHWELLWERT DES OBERSTEMPELS FUER DEN MESSBEGINN
;* END       = SCHWELLWERT FUER DAS MESSENDE
;* NMAX      = MAXIMALE ANZAHL MESSUNGEN
;* CNT       = ANZAHL REAL ERFOLGTER MESSUNGEN
;* OWERT(1) = MESSWERTE DES OBERSTEMPELS
;* UWERT(1) = MESSWERTE DES UNTERSTEMPELS
;* WWERT(1) = MESSWERTE DES WEGAUFNEHMERS
;* ZWERT(1) = ZEITWERTE
;* DAS ANSTEUERNDE FORTRAN-PROGRAMM MUSS AUSREICHEND PLATZ FUER DIE
;* VEKTOREN MIT DEN MESSWERTEN ZUR VERFUEGUNG STELLEN, SONST ERFOLGT
;* UEBERSCHREIBEN VON ANDEREN VARIABLEN ODER PROGRAMM-CODE (FATALER
;* FEHLER MIT MOEGLICHKEIT DES PROGRAMMABSTURZES)
;*
;*
;* ASSEMBLIEREN:
;* MAC MSM17,SP=LB:[1,1]RSXMAC.SML/ML,EXEMC/ML,SY:[7,7]MSM17
;*
;*********************************************************************
        .TITLE  MSM17
        .GLOBL  MSM17
        .MCALL DSAR$S,ENAR$S
;*********************************************************************
;*
;* INITIALISIEREN DES ADC UND ALLER NOTWENDIGEN REGISTER UND SPEICHER
;*
;*********************************************************************
MSM17:  MOV     #15,    OST     ;INITIALISIEREN DES ADC:
        MOV     #14,    UST     ;ALLE VERSTAERKUNGEN = 1
        MOV     #16,    WEG     ;POSITIVE UND NEGATIVE EINGANGSSPANNUNG
        MOV     @2(R5),START    ;INITIALISIEREN DER VERGLEICHSREGISTER
        MOV     @4(R5),END
        MOV     @6(R5),NMAX
        CLR     CNT             ;COUNTER RUECKSETZTEN
        MOV     12(R5), R0      ;ANFANGSADRESSE DER OST-MESSWERTE
        MOV     14(R5), R1      ;UST-MESSWERTE
        MOV     16(R5), R2      ;WEG-MESSWERTE
        MOV     20(R5), R3      ;ZEITEN
        CLR     OMAX            ;OMAX RUECKSETZEN
        CLR     UMAX            ;UMAX RUECKSETZEN
        MOV     #-2047.,WMAX    ;WMAX RUECKSETZEN
        CLR     CKBUF           ;UHR INITIALISIEREN
```

```
        MOV     #3,     HCNT    ;HILFSCOUNTER FUER STARTBEDINGUNG
;*****************************************************************
;*
;* ABFRAGEN AUF STARTBEDINGUNG
;* STARTBEDINGUNG MUSS DREIMAL ERFUELLT WERDEN, BEVOR GEMESSEN WIRD.
;* DADURCH BEGINNT DIE MESSUNG NICHT BEI STOER-SPIKES, DIE Z.B. DURCH
;* EINSCHALT-KLICKS DES MOTORS HERVORGERUFEN WERDEN KOENNEN.
;*
;*****************************************************************
SM11:   MOV     OST,    ADCOUT  ;ADC ANFORDERN
SM12:   TSTB    ADCSR           ;WERT FERTIG GEWANDELT?
        BPL     SM12            ;SONST WARTEN
        CMP     START,  ADCBUF  ;STARTBEDINGUNG UEBERPRUEFEN
        BPL     SM11
        DEC     HCNT            ;STARTBEDINGUNG DREIMAL ABFRAGEN
        BNE     SM11
        DSAR$S                  ;DISABLE SYSTEM ERROR TRAPS
        MOV     #21,    CKCSR   ;UHR STARTEN
SOST:   MOV     OST,    ADCOUT  ;OBERSTEMPEL ANFORDERN
;*****************************************************************
;*
;* MESSSCHLEIFE MIT EINLESEN OBERSTEMPEL, UNTERSTEMPEL, WEG UND ZEIT
;* DABEI UEBERPRUEFEN, OB ENDKRITERIUM ERREICHT.
;* MOEGLICHE ENDKRITERIEN:
;* UNTERSCHREITEN EINES MINDESTDRUCKS
;* UEBERSCHREITEN DER MAXIMALEN ANZAHL MESSUNGEN
;*
;*****************************************************************
SOST1:  TSTB    ADCSR           ;WERT GEWANDELT ?
        BPL     SOST1
        MOV     ADCBUF, (R0)    ;OBERSTEMPEL-WERT WEGPACKEN
SUST:   MOV     UST,    ADCOUT  ;UNTERSTEMPEL ANFORDERN
SUST1:  TSTB    ADCSR
        BPL     SUST1
        MOV     ADCBUF, (R1)+   ;UNTERSTEMPEL-WERT ABSPEICHERN
SWEG:   MOV     WEG,    ADCOUT  ;WEGGEBER ANFORDERN
SWEG1:  TSTB    ADCSR
        BPL     SWEG1
        MOV     ADCBUF, (R2)+   ;WEG ABSPEICHERN
SZT:    MOV     CKCTR,  (R3)+   ;ZEIT ABSPEICHERN
        MOV     OST,    ADCOUT  ;NEUEN OBERSTEMPELWERT ANFORDERN
        CMP     END,    (R0)+   ;MESSENDE?
        BPL     RAUS            ;DANN MESSCHLEIFE VERLASSEN
        INC     CNT             ;COUNTER ERHOEHEN
        CMP     NMAX,   CNT     ;MAXIMALE ANZAHL MESSWERTE ERREICHT?
        BPL     SOST1           ;WENN NICHT, NAECHSTE MESSUNG
;*****************************************************************
;*
;* AUFBEREITUNG DER WERTE:
;* ANPASSEN DER VORZEICHEN AUF GEWOHNTE DARSTELLUNG
;* BESTIMMEN DER MAXIMA
;*
;*****************************************************************
RAUS:   ENAR$S
        MOV     CNT,    @10(R5) ;COUNTER UEBERGEBEN
        INC     CNT             ;COUNTER ERHOEHEN
OM:     CMP     OMAX,   -(R0)   ;MAXIMUM OBERSTEMPEL?
        BPL     UM
```

```
        MOV     (R0),   DMAX    ;NEUES MAXIMUM
UM:     CMP     UMAX,   -(R1)   ;MAXIMUM UNTERSTEMPEL?
        BPL     WM
        MOV     (R1),   UMAX    ;NEUES MAXIMUM
WM:     NEG     -(R2)
        CMP     WMAX,   (R2)    ;WEGMAXIMUM?
        BPL     MIN
        MOV     (R2),   WMAX    ;NEUES MAXIMUM
MIN:    DEC     CNT             ;ALLE WERTE VERGLICHEN?
        BNE     UM              ;WENN NICHT, WEITER VERGLEICHEN
        MOV     DMAX,   @22(R5) ;DMAX UEBERGEBEN
        MOV     UMAX,   @24(R5) ;UMAX UEBERGEBEN
        MOV     WMAX,   @26(R5) ;WMAX UEBERGEBEN
        RETURN                  ;PROGRAMMENDE
;*****************************************************************
;*
;* SPEICHERPLATZ RESERVIEREN UND DEFINIEREN
;*
;*****************************************************************
CNT:    .WORD                   ;COUNTER
END:    .WORD                   ;ENDWERT DER MESSAUFNAHME
HCNT:   .WORD                   ;HILFSCOUNTER FUER ANFANGSBEDINGUNG
NMAX:   .WORD                   ;MAXIMALE ANZAHL MESSSCHLEIFEN
START:  .WORD                   ;STARTWERT DER MESSAUFNAHME
OST:    .WORD                   ;ADRESSE UND VERSTAERKUNG OST-KANAL
UST:    .WORD                   ;ADRESSE UND VERSTAERKUNG UST-KANAL
WEG:    .WORD                   ;ADRESSE UND VERSTAERKUNG WEG-KANAL
DMAX:   .WORD                   ;OST-MAXIMUM
UMAX:   .WORD                   ;UST-MAXIMUM
WMAX:   .WORD                   ;WEG-MAXIMUM
        .END
```

A.2 Anpassungsprogramm

```
CCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCC
C
C       PROGRAMM F ZUM FITTEN MEHRERER KURVEN DURCH EIN MODELL
C
C       AUTHOR: JOERG NEUHAUS
C
C       VERS.: 30. APRIL 1985
C
C       COMPILEROPTIONEN: KEINE
C
C       VERWENDET SUBROUTINE DGELG AUS IBM-STATISTIC-SUBROUTINE-
C       PACKAGE (REF. 65, S. 121 FF) KANN AUS COPYRIGHT-GRUENDEN NICHT
C       MIT ABGEDRUCKT WERDEN
C       SUBROUTINE DVEKTR DIENT ZUR WANDLUNG DER KOEFFIZIENTENMATRIX IN
C       EINEN DURCH DGELG VERWERTBAREN VEKTOR
C       BEI BEDARF SIND BEIDE SUBROUTINEN DURCH GEEIGNETE ANDERE
C       SUBROUTINEN ZUR LOESUNG DER MATRIX NACH DEM GAUSS-JORDAN-
C       ALGORITHMUS ZU ERSETZEN
C
C       LINKEN:
C       TKB <CR>
C       F=F,FILGEN,PRTFIL,DATIN,MODGEN,SPOLY,FSCAL,ABL1,DVEKTR,DGELG
C         ,STD <CR>
C       / <CR>
C       ACTFIL=5 <CR>
C       // <CR>
C
CCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCC
        BYTE FIL(13),FIL1(13)
        INTEGER*2 N,G,P,MM,ANF,ABBR,START,ABO
        REAL*4 X(1000),YK(1000),YW(1000),BEGIN,END,HILF,VORL,NACHL
        REAL*8 K(13),W(13),R(13),A(13,13),VEC(13,13),ST
CCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCC
C
C       INITIALISIEREN UND EINLESEN VON FILENAMEN UND PARAMETERN
C
CCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCC
        WRITE (5,1)
        READ (5,2) FIL
        WRITE (5,3)
        READ (5,4) G
        WRITE (5,5)
        READ (5,4) P
        WRITE (5,6)
        READ (5,7) BEGIN
        WRITE (5,8)
        READ (5,7) END
        WRITE (5,9)
        READ (5,7) VORL
        IF (VORL.EQ.0.) VORL=1.
        WRITE (5,10)
        READ (5,7) NACHL
        IF ((NACHL.EQ.0.).OR.(NACHL.LT.1.)) NACHL=1.
```

```
      CALL CORECT(FIL)
       OPEN (UNIT=6,NAME='SY:SP.DAT',DISP='PRINT')
       WRITE (6,67) BEGIN,END
       WRITE (6,68) VORL,NACHL
       WRITE (6,60) G,P
       MM=P*P
       GOTO 102
CCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCC
C
C      FILE EROEFFNEN UND PROTOKOLLFILE GENERIEREN
C
CCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCC
101    CALL FILGEN (FIL)
102    OPEN (UNIT=1,NAME=FIL,TYPE='OLD',FORM='UNFORMATTED',ERR=900)
       CALL PRTFIL (FIL,FIL1)
       DO 786 I=1,13
               R(I)=0.
               K(I)=0.
               W(I)=0.
               DO 786 J=1,13
786                    A(I,J)=0.
       WRITE (6,61) FIL
       WRITE (5,61) FIL
       ANF=0
       ABBR=0
CCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCC
C
C      DATEN EINLESEN UND REGRESSIONSBEREICH FESTLEGEN
C
CCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCC
       CALL DATIN (X,YK,YW,BEGIN,END,ANF,ABBR,N)
       START=VORL*ANF
       IF (START.LT.0) START=0
       ABO=NACHL*ABBR
       IF (ABO.GT.N) ABO=N
CCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCC
C
C      POLYNOME BERECHNEN, MODELL GENERIEREN UND LOESEN
C
CCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCC
       CALL SPOLY (G,START,ABO,X,YK,K,ST,IER)
       WRITE (6,62) IER
       WRITE (5,62) IER
       WRITE (6,64) ST
       OPEN (UNIT=2,NAME=FIL1)
       WRITE (2,20) X(ANF)
       WRITE (2,20) X(ABBR)
       WRITE (2,21) G
       WRITE (2,22) (K(I),I=1,G)
       CALL SPOLY (G,START,ABO,X,YW,W,ST,IER)
       WRITE (6,62) IER
       WRITE (5,62) IER
       WRITE (6,64) ST
       WRITE (2,22) (W(I),I=1,G)
       CALL MODGEN (ANF,ABBR,X,K,W,G,P,R,A)
103    CALL DVEKTR (VEC,A,P,P,MM,13,13)
       CALL DGELG (R,VEC,P,1,MM,P,1.D-16,IER)
```

```
      WRITE (5,62) IER
      WRITE (6,62) IER
      WRITE (6,65) (R(I),I=1,P)
      WRITE (2,21) P
      WRITE (2,23) (R(I),I=1,P)
      CALL CLOSE (2)
CCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCC
C
C     STANDARDABWEICHUNG BERECHNEN UND ALLES WIEDERHOLEN, BIS ALLE
C     DATENFILES ABGEARBEITET SIND
C
CCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCC
      CALL STD (ANF,ABBR,X,YK,K,W,R,G,P,ST)
      WRITE (6,66) FIL,ST
      WRITE (5,66) FIL,ST
      GOTO 101
900   STOP
CCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCC
C
C     FORMAT-STATEMENTS
C
CCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCC
1     FORMAT ('$WELCHER FILENAME ? ')
2     FORMAT (13A1)
3     FORMAT ('$WIEVIELE POLYNOMPARAMETER ? ')
4     FORMAT (I5)
5     FORMAT ('$WIEVIELE MODELLPARAMETER ? ')
6     FORMAT ('$WELCHER STARTWERT ? ')
7     FORMAT (F15.7)
8     FORMAT ('$WELCHER ENDWERT ? ')
9     FORMAT ('$WELCHER VORLAUF ? ')
10    FORMAT ('$WELCHER NACHLAUF ? ')
20    FORMAT (X,D16.8)
21    FORMAT (X,I5)
22    FORMAT (X,<G>(D16.8,X))
23    FORMAT (X,<P>(D16.8,X))
60    FORMAT (//,' POLYNOMPARAMETER : ',I2,' MODELLPARAMETER : ',I2,//)
61    FORMAT (//,' FILENAME : ',13A1)
62    FORMAT (' MESSAGE GAUSS: ',I5)
64    FORMAT (' STANDARDABWEICHUNG : ',D16.8)
65    FORMAT (' MODELLKONSTANTEN :',/,X,<P>(D16.8,X))
66    FORMAT (//,' FILE : ',13A,'  STANDARDABWEICHUNG : ',D16.8)
67    FORMAT (' START BEI ',F5.2,', ENDE BEI ',F5.2,' % DES
     C DRUCKMAXIMUMS.')
68    FORMAT (' VORLAUF = ',F5.2,' NACHLAUF = ',F5.2)
      END
```

A.2 Anpassungsprogramm

```
CCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCC
C
C       SUBROUTINE FILGEN ZUM GENERIEREN NEUER FILENAMEN
C
C       AUTHOR: JOERG NEUHAUS
C
C       VERS.: 18. APRIL 1985
C
C       AUFRUF IN FORTRAN:
C       CALL FILGEN (FIL)
C       FIL = VEKTOR DES FILENAMENS (BYTE (13))
C
CCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCC
        SUBROUTINE FILGEN (FIL)
        BYTE FIL(13)
100     I=0
101     I=I+1
        IF ((FIL(I).NE.'.').AND.(I.LE.9)) GOTO 101
        I=I-1
        FIL(I)=FIL(I)+1
        IF (FIL(I).LE.'9') GOTO 103
        FIL(I)='0'
        I=I-1
        FIL(I)=FIL(I)+1
103     RETURN
        END

CCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCC
C
C       SUBROUTINE PRTFIL ZUM GENERIEREN DER PROTOKOLL-FILE-NAMEN
C
C       AUTHOR: JOERG NEUHAUS
C
C       VERS.: 18. APRIL 1985
C
C       AUFRUF IN FORTRAN
C       CALL PRTFIL (FIL,FIL1)
C       FIL  = DATENFILE-NAME
C       FIL1 = NAME DES PROTOKOLLFILES
C
CCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCC
        SUBROUTINE PRTFIL (FIL,FIL1)
        BYTE FIL(13),FIL1(13)
        DO 200 I=1,13
200             FIL1(I)=0.
        DO 201 I=1,9
201             FIL1(I)=FIL(I)
        I=0
202     I=I+1
        IF ((FIL1(I).NE.'.').AND.(I.LE.9)) GOTO 202
        FIL1(I+1)='P'
        FIL1(I+2)='R'
        FIL1(I+3)='T'
        FIL1(I+4)=0
        RETURN
        END
```

```
CCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCC
C
C       SUBROUTINE DATIN ZUM EINLESEN DER DATEN
C
C       AUTHOR: JOERG NEUHAUS
C
C       VERS.: 23. APRIL 1985
C
C       AUFRUF IN FORTRAN:
C       CALL DATIN (X,YK,YW,BEGIN,END,ANF,ABBR,N)
C       X = VEKTOR DER X-WERTE
C       YK = VEKTOR DER KRAFT-WERTE
C       YW = VEKTOR DER WEG-WERTE
C       BEGIN = STARTKRITERIUM IN % VOM KRAFTMAXIMUM
C       END = ENDKRITERIUM IN % VOM KRAFTMAXIMUM
C       ANF = ZEIGER AUF ANFANGSWERT
C       ABBR = ZEIGER AUF ENDWERT
C       N = ANZAHL MESSWERTE
C
C       FILE MIT MESSWERTEN MUSS VORHER FUER LOGISCHE UNIT 1 ERÖFFNET
C       WERDEN
C       UM SPEICHERPLATZ ZU SPAREN WIRD DIE ANZAHL MESSWERTE REDUZIERT
C
C       BENOETIGTE SUBROUTINEN : FSCAL
C
CCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCC
        SUBROUTINE DATIN (X,YK,YW,BEGIN,END,ANF,ABBR,N)
        INTEGER*2 N,KMAX,WMAX,CNT,OWERT,UWERT,WWERT,ZWERT,WASTE
     C  ,ANF,ABBR
        REAL*4 X(1000),YK(1000),YW(1000),BEGIN,END,TIM,UCAL,WCAL
     C  ,START,ENDE
C       OPEN (UNIT=1,NAME=FIL,TYPE='OLD',FORM='UNFORMATTED')
        READ (1) TIM
        CALL FSCAL (TIM,UCAL,TIM,WCAL)
        READ (1) CNT,I,KMAX,WMAX,I,I
        START=BEGIN*KMAX*UCAL/100.
        ENDE=END*KMAX*UCAL/100.
        IF (CNT.GT.3000) WASTE=3
        IF (CNT.LE.3000) WASTE=2
        IF (CNT.LE.2000) WASTE=1
        IF (CNT.LE.1000) WASTE=0
        TIM = 0.00001
        ANF=0
        ABBR=0
        N=1
107     X(N)=0.
        YK(N)=0.
        YW(N)=0.
        DO 875 I=1,WASTE+1
                READ (1,END=108) OWERT,UWERT,WWERT,ZWERT
                X(N)=X(N)+ZWERT*TIM
                IF (ZWERT.LE.0) X(N)=X(N)+.65536
                YK(N)=YK(N)+UWERT*UCAL
                YW(N)=YW(N)+WWERT*WCAL
875     CONTINUE
        X(N)=X(N)/(WASTE+1)
        YK(N)=YK(N)/(WASTE+1)
        YW(N)=YW(N)/(WASTE+1)
```

```
      IF ((START.LT.YK(N)).AND.(ANF.EQ.0)) ANF=N
      IF ((ENDE.LT.YK(N)).AND.(ANF.NE.0)) ABBR=N
      N=N+1
      GOTO 107
108   N=N-1
      CALL CLOSE (1)
      RETURN
      END

CCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCC
C
C       SUBROUTINE ABL1 ZUR BESTIMMUNG DER ABLEITUNGEN AUS POTENZ-
C       POLYNOMEN
C
C       AUTHOR: JOERG NEUHAUS
C
C       VERS.: 30. APRIL 1985
C
C       AUFRUF IN FORTRAN:
C       CALL ABL1 (NPARA,KX,YABL,X)
C       NPARA = ANZAHL DER POLYNOMPARAMETER
C       KX = VEKTOR DER POLYNOMKONSTANTEN
C       YABL = VEKTOR DER ABLEITUNGEN
C       X = X-WERT, AN DEM DIE ABLEITUNGEN BERECHNET WERDEN SOLLEN
C
CCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCC
      SUBROUTINE ABL1(NPARA,KX,YABL,X)
      REAL*4 X
      REAL*8 KX(13),YABL(13),FAKT
      DO 1010 J=2,10
1010          YABL(J)=0.
      YABL(1)=KX(1)
      FAKT = 1.
      DO 1000 II = 2, NPARA
              FAKT = FAKT * (II - 1)
1000          YABL(II) = KX(II) * FAKT
      DO 1100 J = 2, NPARA
              FAKT = 1.
              DO 1200 KI = 1, NPARA
                      IF (KI-J.GE.0) GOTO 1100
                      YABL(KI) = YABL(KI) + KX(J) * FAKT * DBLE(X) **
     C                (J - KI)
1200                  FAKT = FAKT * (J - KI)
1100  CONTINUE
      RETURN
      END
```

```
CCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCC
C
C       SUBROUTINE FSCAL ZUR BESTIMMUNG DER KALIBRIERFAKTOREN, DIE
C       ZU EINEM VORGEGEBENEN MESSDATUM GEHOEREN
C
C       AUTHOR: JOERG NEUHAUS
C
C
C       VERS.: 3. APRIL 1985
C
C       AUFRUF IN FORTRAN:
C
C       CALL FSCAL (TIM,UCAL,OCAL,WCAL)
C       TIM  =MESSDATUM
C       UCAL = KALIBRIERFAKTOR UNTERSTEMPELDRUCK
C       OCAL = KALIBRIERFAKTOR OBERSTEMPEL
C       WCAL = KALIBRIERFAKTOR WEGAUFNEHMER
C
C       VERWENDETE SUBROUTINEN: KEINE
C       COMPILER-OPTIONEN: KEINE
C       EROEFFNETE FILES: UNIT = 3
C
CCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCC
        SUBROUTINE FSCAL(TIM,UCAL,OCAL,WCAL)
        LOGICAL*1 FLAG
        REAL*4 TIM,TIM1,UCAL,OCAL,WCAL,NUCAL,NOCAL,NWCAL
        FLAG=.FALSE.
CCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCC
C
C       CALIBRIERFAKTOREN STEHEN IN FILE CALIB.FKT
C
CCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCC
        OPEN (UNIT=3,NAME='CALIB.FKT',TYPE='OLD',SHARED)
1       READ (3,2,END=3) TIM1,NUCAL,NOCAL,NWCAL
2       FORMAT (F7.0,3E15.7)
        IF (TIM.LT.TIM1) GOTO 3           ! AKTUELLE FAKTOREN GEFUNDEN?
        FLAG=.TRUE.
        UCAL=NUCAL                        ! UEBERGABEFAKTOREN = NEUE
        OCAL=NOCAL                        ! FAKTOREN
        WCAL=NWCAL
        GOTO 1                            ! WIEDERHOLEN, BIS FERTIG
3       IF (FLAG) GOTO 4                  ! NUR FALLS ERSTER DATENSATZ
        UCAL=NUCAL                        ! ALTE FATOREN IN UEBERGABE-
        OCAL=NOCAL                        ! FAKTOREN KOPIEREN
        WCAL=NWCAL
4       CALL CLOSE(3)                     ! FILE WIEDER SCHLIESSEN
        RETURN
        END
```

```
CCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCC
C
C       SUBROUTINE SPOLY ZUM BERECHNEN VON POTENZ-POLYNOMEN
C       UEBER REGRESSION MIT UEBERGABE DER ERROR-MESSAGE
C
C       AUTOR: JOERG NEUHAUS
C
C       VERS.: 23. APRIL 1985
C
C       AUFRUF IN FORTRAN:
C       CALL SPOLY (P,ANF,END,X,Y,K,ST,IER)
C       P = ANZAHL DER PARAMETER DES POLYNOMS (= GRAD + 1)
C       ANF = ZEIGER AUF BEGINN DES REGRESSIONSBEREICHS
C       END = ZEIGER AUF ENDE DES REGRESSIONSBEREICHS
C       X = VEKTOR DER UNABHAENGIGEN VARIABLEN
C       Y = VEKTOR DER ABHAENGIGEN VARIABLEN
C       K = VEKTOR DER RUECKUEBERGEBENEN POLYNOMKONSTANTEN
C       ST= STANDARDABWEICHUNG DER ANPASSUNG
C       IER = ERROR-MESSAGE
C
C       VERWENDETE SUBROUTINEN: DVEKTR,DGELG
C
CCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCC
        SUBROUTINE SPOLY (P,ANF,END,X,Y,K,ST,IER)
        INTEGER*2 I,IER,J,JJ,MM,N,P,ANF,END
        REAL*4 X(1000),Y(1000)
        REAL*8 YY,A(13,13),VEC(13,13),XX(13),K(13),ST,YBER
CCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCC
C
C       INITIALISIEREN
C
CCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCC
        MM=P*P
        IER=0
        ST=0.
        DO 100 I=1,P
                K(I)=0.
                XX(I)=0.
                DO 100 J=1,P
                        A(I,J)=0.
                        VEC(I,J)=0.
100     CONTINUE
CCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCC
C
C       ERRECHNEN DER KOEFFIZIENTENMATRIX
C
CCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCC
        DO 103 I=ANF,END
                XX(1)=1.
                DO 101 J=2,P
101                     XX(J)=DBLE(X(I))**(J-1)
                YY=DBLE(Y(I))
                DO 102 J=1,P
102                     K(J)=K(J)+YY*XX(J)
                DO 103 J=1,P
                        DO 103 JJ=1,P
                                A(J,JJ)=A(J,JJ)+XX(J)*XX(JJ)
103             CONTINUE
```

```
CCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCC
C
C       LOESEN DER KOEFFIZIENTENMATRIX
C
CCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCC
        CALL DVEKTR (VEC,A,P,P,MM,13,13)
        CALL DGELG (K,VEC,P,1,MM,P,.1D-25,IER)
CCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCC
C
C       BERECHNEN DER STANDARDABWEICHUNG
C       DABEI BERECHNUNG DER FUNKTIONSWERTE UEBER DAS HORNER-SCHEMA
C
CCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCC
        DO 105 I=ANF,END
                YBER=K(P)
                YY=DBLE(X(I))
                DO 104 J=P-1,1,-1
104                     YBER=YBER*YY+K(J)
105             ST=ST+(YBER-DBLE(Y(I)))**2.
        ST=DSQRT(ST/(END-ANF-P))
        RETURN
        END
```

A.2 Anpassungsprogramm

```
CCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCC
C
C        SUBROUTINE MODGEN ZUM ERRECHNEN DER KOEFFIZIENTENMATRIX
C        FUER DAS VISKOELASTISCHE MODELL
C
C        AUTHOR: JOERG NEUHAUS
C
C        VERS.: 18. APRIL 1985
C
C        AUFRUF IN FORTRAN:
C        CALL MODGEN (ANF,END,X,K,W,G,P,R,A)
C        ANF = ZEIGER AUF BEGINN DES REGRESSIONSBEREICHS
C        END = ZEIGER AUF ENDE DES REGRESSIONSBEREICHS
C        X = VEKTOR DER X-WERTE
C        K = VEKTOR DER KRAFT-POLYNOMKONSTANTEN
C        W = VEKTOR DER WEG-POLYNOMKONSTANTEN
C        G = ANZAHL DER POLYNOMPARAMETER
C        P = ANZAHL DER MODELLPARAMETER
C        R = VEKTOR DER ERGENBISSE
C        A = PRODUKTMATRIX
C
C        BENOETIGTE SUBROUTINEN: ABL1
C
CCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCC
         SUBROUTINE MODGEN (ANF,END,X,K,W,G,P,R,A)
         INTEGER*2 G,P,ANF,END
         REAL*4 X(1000)
         REAL*8 W(13),K(13),R(13),A(13,13),KABL(13),WABL(13),C(13)
         DO 109 I=ANF,END
                 CALL ABL1 (G,K,KABL,X(I))
                 CALL ABL1 (G,W,WABL,X(I))
                 C(1)=WABL(1)
                 C(2)=WABL(2)
                 C(3)=KABL(2)
                 C(4)=WABL(3)
                 C(5)=KABL(3)
                 C(6)=WABL(4)
                 C(7)=KABL(4)
                 C(8)=WABL(5)
                 C(9)=KABL(5)
                 C(10)=WABL(6)
                 C(11)=KABL(6)
                 C(12)=WABL(7)
                 C(13)=KABL(7)
                 DO 109 J=1,P
                         R(J)=R(J)+KABL(1)*C(J)
                         DO 109 JJ=1,P
                                 A(J,JJ)=A(J,JJ)+C(J)*C(JJ)
109      CONTINUE
         RETURN
         END
```

```
CCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCC
C
C       SUBROUTINE STD ZUM ERRECHNEN DER STANDARDABWEICHUNG
C
C       AUTHOR: JOERG NEUHAUS
C
C       VERS.: 24. APRIL 1985
C
C       AUFRUF IN FORTRAN:
C       CALL STD (ANF,END,X,YK,K,W,R,G,P,ST)
C       ANF = ZEIGER AUF BEGINN DES REGRESSIONSBEREICHS
C       END = ZEIGER AUF ENDE DES REGRESSIONSBEREICHS
C       X = VEKTOR DER X-WERTE
C       YK = VEKTOR DER Y-WERTE
C       K = KRAFTPOLYNOM
C       W = WEGPOLYNOM
C       R = MODELLKONSTANTEN
C       G = ANZAHL POLYNOMPARAMETER
C       P = ANZAHL MODELLPARAMETER
C       ST= STANDARDABWEICHUNG
C
C       BENUETIGTE SUBROUTINEN: ABL1
C
CCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCC
        SUBROUTINE STD (ANF,END,X,YK,K,W,R,G,P,ST)
        INTEGER*2 ANF,END,G,P
        REAL*4 X(1000),YK(1000)
        REAL*8 K(13),W(13),R(13),ST,KABL(13),WABL(13),YY,C(13)
        ST=0.D00
        DO 1 I=ANF,END
                CALL ABL1 (G,K,KABL,X(I))
                CALL ABL1 (G,W,WABL,X(I))
                C(1)=R(1)*WABL(1)                    ! Q0-TERM
                C(2)=R(2)*WABL(2)                    ! Q1-TERM
                C(3)=R(3)*KABL(2)                    ! -P1-TERM
                C(4)=R(4)*WABL(3)                    ! Q2-TERM
                C(5)=R(5)*KABL(3)                    ! -P2-TERM
                C(6)=R(6)*WABL(4)                    ! Q3-TERM
                C(7)=R(7)*KABL(4)                    ! -P3-TERM
                C(8)=R(8)*WABL(5)                    ! Q4-TERM
                C(9)=R(9)*KABL(5)                    ! -P4-TERM
                C(10)=R(10)*WABL(6)                  ! Q5-TERM
                C(11)=R(11)*KABL(6)                  ! -P5-TERM
                C(12)=R(12)*WABL(7)                  ! Q6-TERM
                C(13)=R(13)*KABL(7)                  ! -P6-TERM
                YY=0.
                DO 2 J=1,P
                        YY=YY+C(J)
2       CONTINUE
                ST=ST+(YY-YK(I))**2
1       CONTINUE
        ST=DSQRT(ST/(END-ANF-P))
        RETURN
        END
```

A.3 Bezugsnachweise

(1) Wilhelm Fette GmbH, Präzisionswerkzeug- und Maschinenfabrik, 2053 Schwarzenbek

(2) Hottinger Baldwin Messtechnik GmbH, Postfach 42 35, Im Tiefen See 45, 6100 Darmstadt 1

(3) Beckman Instruments GmbH, Frankfurter Ring 115, 8000 München 40

(4) Siemens AG, Postfach 11 15, 4000 Düsseldorf 1

(5) Althen Mess- und Datentechnik GmbH, Frankfurter Straße 148, 6233 Kelkheim

(6) Bert Gödde + Söhne KG, Postfach 60 03 29, 5000 Köln 60

(7) Oskar von Mossin, Poststraße 28, 4054 Nettetal 2-Kaldenkirchen

(8) Analog Devices GmbH, Edelsbergstraße 8-10, 8000 München 21

(9) Digital Equipment GmbH, Wallensteinplatz 2, 8000 München 40

(10) Bayer AG, 5090 Leverkusen-Bayerwerk

(11) Meggle Milchindustrie GmbH & Co. KG, Postfach 40, 8094 Reitmehring

(12) Colorcon Limited, Zweigniederlassung, Auf der Platt 25, 6246 Glashütten 1

(13) Cahn, Paramount, California, 90723, USA

A.4 Literaturverzeichnis

(1) Walker, E. E., Trans. Faraday Soc. **19**, 73, 83 u. 614 (1923)
(2) Bal'shin, M. Y., Vestnik. Metalloprom. **18**, 124 (1938)
(3) Heckel, R. W., Trans. Metall. Soc. A. I. M. E. **221**, 671 (1961)
(4) Lüdde, K. H., Kawakita, K., Pharmazie **21**, 393 (1966)
(5) Shotton, E., Ganderton, D., J. Pharm. Pharmac. **12**, 87T (1960)
(6) Shotton, E., Ganderton, D., J. Pharm. Pharmac. **12**, 93T (1960)
(7) Leuenberger, H., Habilitationsschrift, Basel 1980
(8) Leuenberger, H., Int. J. Pharm. **12**, 41 (1982)
(9) Jetzer, W., Dissertation, Basel 1982
(10) Jetzer, W., Leuenberger, H., Sucker, H., Pharm. Technol. **7**, 33 (1983)
(11) Jetzer, W., Düggelin, M., Guggenheim, R., Leuenberger, H., Acta Pharm. Technol. **30**, 126 (1984)
(12) De Blaey, C. J., Polderman, J., Pharm. Weekblad **105**, 241 (1970)
(13) De Blaey, C. J., Polderman, J., Pharm. Weekblad **106**, 57 (1971)
(14) De Blaey, C. J., Oudtshoorn, M. C. B. van, Polderman, J., Pharm. Weekblad **106**, 589 (1971)
(15) Dürr, M., Hanssen, D., Harwalik, H., Pharm. Ind. **34**, 905 (1972)
(16) Dürr, M., Acta Pharm. Technol. **22**, 185 (1976)
(17) Molerus, O., Schwedes, J., Skriptum zum APV-Kurs Schüttgutmechanik, Braunschweig 1983
(18) Fukumori, Y., Okada, J., Chem. Pharm. Bull. **25**, 1610 (1977)
(19) Leigh, S., Carless, J. E., Burt, B. W., J. Pharm. Sci. **56**, 888 (1967)
(20) Emschermann, B., Müller, F., Pharm. Ind. **43**, 191 (1981)
(21) Emschermann, B., Dissertation, Bonn 1978

(22) Aulton, M. E., Travers, D. M., White, P. J. P., J. Pharm. Pharmacol. **25**, 76P (1973)
(23) York, P., Baily, D., J. Pharm. Pharmacol. **29**, 70 (1976)
(24) Watt, P. R., J. Pharm. Pharmacol. **33**, 114P (1981)
(25) Schierstedt, D., Dissertation, Bonn 1982
(26) Schierstedt, D., Müller, F., Pharm. Ind. **44**, 932 (1982)
(27) Dietrich, R., Mielck, J. B., Pharm. Ind. **46**, 863, (1984)
(28) David, S. T., Augsburger, L. L., J. Pharm. Sci. **66**, 155 (1977)
(29) Dinev, P., Welikowa, E., Pharmazie **36**, 37 (1981)
(30) Welikowa, E., Dinev, P., Pharmazie **36**, 130 (1981)
(31) Shlanta, S., Milosovich, G., J. Pharm. Sci. **53**, 562 (1964)
(32) Caspar, U., Dissertation, Bonn 1983
(33) Caspar, U., Müller, F., Pharm. Acta Helv. **59**, 329 (1984)
(34) Müller, F., Caspar, U., Pharm. Ind. **46**, 1049 (1984)
(35) Rippie, E. G., Danielson, D. W., J. Pharm. Sci. **70**, 476 (1981)
(36) Carstensen, J. T., Toure, P., Powder Technology **26**, 199 (1980)
(37) Hiestand, E. N., Wells, J. E., Peot, C. B., Ochs, J. F., J. Pharm. Sci. **66**, 510 (1977)
(38) Danielson, D. W., Morehead, W. T., Rippie, E. G., J. Pharm. Sci. **72**, 342 (1983)
(39) Wiederkehr-von Vincenz, C., Dissertation, Zürich 1979
(40) Flügge, W., Viscoelasticity, Springer-Verlag, Berlin - Heidelberg - New York 1975
(41) Fette GmbH, Betriebsanleitung zur Rundlaufpresse PERFECTA 1
(42) Führer, C., Sci. Pharm. **32**, 154 (1964)
(43) Müller, B. W., Steffens, K.-J., List, P. H., Pharm. Ind. **43**, 665 (1981)
(44) Rahm, H., Pharm. Acta Helv. **46**, 65 (1971)
(45) Knoechel, E. L., Sperry, C. C., Ross, H. E., Lintner, C. J., J. Pharm. Sci. **56**, 109 (1967)
(46) Shotton, E., Deer, J. J., Ganderton, D., J. Pharm. Pharmacol. **15**, 106T (1963)

(47) Ehrhardt, L., Schindler, E., Pharm. Ind. **34**, 899 (1972)

(48) Ehrhardt, L., Schindler, E., Pharm. Ind. **38**, 997 (1976)

(49) Goodhart, F. W., Mayorga, G., Mills, M. N., Ninger, F. C., J. Pharm. Sci. **57**, 1770 (1968)

(50) Schüpbach, O., Kestenholz, F., Furtwängler, R., Pharm. Ind. **30**, 743 (1968)

(51) Schmidt, P. C., Tenter, U., Elektronik 6, 97 (1984)

(52) Wiederkehr-von Vincenz, C., Soliva, M., Speiser, P., Pharm. Ind. **39**, 722 (1977)

(53) Hottinger Baldwin Messtechnik GmbH Druckschrift G24.01.0, Dehnungsmeßstreifen mit Zubehör, Darmstadt 1981

(54) Potma, T., Dehnungsmessstreifen-Messtechnik, Phillips, Hamburg 1968

(55) Lenk, A., Funkschau 9/**54**, 76 (1982)

(56) Hottinger Baldwin Messtechnik GmbH, Bedienungsanleitung Gleichspannungs-Meßverstärker MG 3120 A, Darmstadt 1979

(57) Haug, A., Elektronisches Messen mechanischer Größen, Carl Hanser Verlag, München 1969

(58) Thiel, R., Elektrisches Messen nichtelektrischer Größen, B. G. Teubner Verlag, Stuttgart 1983

(59) Althen Mess- und Datentechnik GmbH Druckschrift Schaevitz Wegaufnehmer auf LVDT-Basis, Kelkheim 1982

(60) Ragnarsson, G., Sjögren, J., J. Pharm. Pharmacol. **35**, 201 (1983)

(61) Hartung, J., Statistik, R. Oldenbourg Verlag, München - Wien 1983

(62) Lindner, A., Statistische Methoden, Birkhäuser Verlag, Basel - Stuttgart 1964

(63) Ebel, S., GIT-Suppl. **4**, 6 (1984)

(64) Herrmann, D., Wahrscheinlichkeitsrechnung, Statistik - 30 BASIC-Programme, Friedrich Vieweg & Sohn, Braunschweig - Wiesbaden 1983

(65) IBM Application Programm System/360 Scientific Subroutine Package (360A-CM-03X) Version III Programmer's Manual, IBM, White Plains 1968

A.4 Literaturverzeichnis

(66) Bronstein, I. N., Semendjajew, K. A., Taschenbuch der Mathematik, Verlag Harri Deutsch, Thun - Frankfurt 1981

(67) Nelder, J. A., Mead, R., The Computer Journal 7, 308 (1965)

(68) Bird, C., Moore Lee, C., O'Reilly, D., Non-Linear Function Optimization, The University of British Columbia, Vancouver 1973

(69) Sutanto, L., Dissertation, Bonn, in Vorbereitung

Die vorliegende Arbeit wurde im April 1982 am Institut für Pharmazeutische Technologie der Universität Bonn begonnen und im Mai 1985 beendet.

Die Arbeit entstand auf Anregung von Herrn Professor Dr. Fritz Müller, dem ich für die Überlassung des Themas, die stets gewährte Hilfe bei der Durchführung und für die dauernde Diskussionsbereitschaft herzlich danke.

Herrn Günther Feldkeller danke ich für die wertvolle Hilfe bei der Durchführung der mechanischen Arbeiten an der Tablettenpresse sowie Herrn Hans Cremer für den Anschluß der Elektronik an den Rechner und Herrn Dipl.-Inf. Markus Casper für seine Hinweise zu dessen Programmierung.

Herrn Leimann Sutanto gebührt mein Dank für die Erläuterung von Teilaspekten seiner kurz vor dem Abschluß stehenden Arbeit sowie allen meinen Kolleginnen und Kollegen für ihre Bereitschaft zur Diskussion über diese Arbeit.

Lebenslauf

Geburtsdatum:	13. September 1957
Geburtsort:	Aachen
Eltern:	Günter Neuhaus, Diplomingenieur Margit Neuhaus, geb. Rhode, Ingenieur
Schulausbildung:	1964 Volksschule Aachen 1964-1967 Volksschule Hardegsen/Solling 1967 Corvinianum Northeim/Solling 1967-1972 Staatliches Gymnasium Jülich 1972-1976 Städtisches Gymnasium mit differenzierter Oberstufe Köln-Rodenkirchen
Abitur:	Juni 1976
Wehrdienst:	Juli 1976 bis September 1977
Studium:	Ab September 1977 Pharmaziestudium an der Rheinischen Friedrich-Wilhelms-Universität Bonn
Praktische Ausbildung nach §1(1)2 AppOA:	April 1981 bis März 1982 in der Marien-Apotheke Köln-Sürth
Pharmazeutische Prüfung:	April 1982
Approbation als Apotheker:	Juni 1982
Berufstätigkeit:	Ab April 1982 Wissenschaftlicher Angestellter am Institut für Pharmazeutische Technologie der Universität Bonn

Meine akademischen Lehrer waren die Herren Professoren und Privatdozenten:
Aumann, Blaschke, Breckle, Breull, Feltkamp, Fickentscher, Frahm, Glombitza, Goenechea, Haas, Kalbhen, Karzel, Kating, Kopitzki, Lehmann, Mani, Meise, Merkle, Müller, Pachaly, Puff, Röder, Ross, Roth, Rücker, Steiner, Süverkrüp, Tinapp, Wiedemann, Zilliken